DOSSIER ANALYTIQUE: 178/07-1 Prélèvement n°995474 du 20/07/2006 UCI TDF 2006 : 17^{ème} étape à Morzine T/E = 11.4USADA 0001

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-22
	1
Summary of analyses	3
Internal chain of custody of sample A and sample A related aliquots	18
Identification of sample n°995474	20
Documentation of receipt of intact samples	22
Analytical deviation	LL
SECTION 2: TECHNICAL PART	pages 23-173
0.1. Y	23-30
2.1. Immunological screening	23
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis	30
Screening data	30
- Sample A995474	30
2.2. Natural hormone screening	31-64
List of screening analyses, method and preparative form, description of analysis	31
Screening data	46
- Negative aliquot	46
- Sample A995474	49
- Positive aliquot	55
Data on instrument performances	58
Result form	63
2.3. Second analysis for confirmation of T/E ratio (aliquot with hydrolysis)	65-92
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	65
	81
Confirmation data	81
- Negative aliquot	82
- Sample A995474	. 85
- Positive aliquot	. 88
Data on instrument performances	92
Result form	92
2.4, Confirmation analysis by GC/C/IRMS	93-175
List of confirmation analyses, method and preparative form	93
2.4.1. GC/MS analysis	113
Description of GC/MS analysis	113
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fraction	119
Data on instrument performances	135
Result form	138
2.4.2. Isotopic ratio analysis	142
	142
Description of GC/C/IRMS analysis Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample A995474 for each fractio	
	163
Data on instrument performances Result form	174
SECTION 3: Certificate of analysis n°28423	pages 176-17
ANNEXES	pages 178-20 178
Reanalysis sheet First analysis for confirmation of T/E ratio according to 2.3 plus an aliquot of sample A9954	

LNDI	D	ENREGISTREMENT				Version:	J 09/06/2006	"
	FI	CHE RECAP	ITULATIV	E DES ANAI	YSES I	PRESENTEES		
							1000131	
N° de lat	ooratoire:	EL RI	<u>810-1</u> 1		Nº écl	hantillon:	1995 U+V	
Produit(s)	confirmé(s):		<u> </u>					
pH mesuré	en conf:	5.2	2	De		fichée en conf : fractomètre n° :	1.095	
:						ensité corrigée :		
			4.9 \$2.42.4		+.			
Essai n°:	<u> </u>		1	EC				
Mode opérat	oire de préna	aration:	<u></u>	M-EX-		Version :		
Mode opérat				M-AN-		Version	:	<u> </u>
CG/SM (S		CG/SM (SIM)	CG/SM2		CG/SM3		
CL/S	=	CL/SN		CL/SM3		CL/UV		
IM	77	EPO		CG/C/IRMS		Cytométrie		0-0
· A	100 0		gradicy.		at Olivan	₹.(₹%° ± 1,	· Ç	
Essai nº:				EC 37D		V		
Mode opérat	oire de prép	aration:		м-EX- Oև	3	Version	<u> </u>	
Mode operat	oire d'analys	se:	7	M-AN- 2 }	- '	Version		
		CG/SM (SIM) 🔍		CC	G/SM (SCAN)	and the second	٠.
CL/SM	(SIM)	CL/SN	/12	CL/SM3		CL/UV		
Concentra	tion estimée	TIE	-11.1	esto: GI	سابسا	L Epi 3	2nalml	
* Concentrat	tion corrigée	Tento	: 15. ling	m Ep1:	3.9n	ماسا		
			British (Bis)	Drown Garren	MARCH STREET	M. S	rija.	
Essai n°:								
Mode opérat	toire de prép	aration:				Version		≟
Mode opéra	toire d'analy			M-AN-	·	Version		,
CG/I	_	CG/SM	(SIM)		C	G/SM (SCAN)	IMM	
	tion mesuré							
* Seuil	corrigé:							
!		1 2 3		The office			ECOC BOS	الم
ES02 -BBS			ES0	8 -HES (CG/S			ES06 - IMM	X
ES02C -EPI				ES08B -	=		ES07 -EPO	
ES03 -CD (CH (CL/SM/S]	ESS01 - HBC	
ES04-H (C		\cong	ES05 -M	S2 (CG/SM/S	M)		ESS02 - TS	
ES03C -LC	H (CL/SM)							
Code opérat			128	Code opérate		-	18	
Date et para	phe: 9	1210106	2u107106	Date et parap	he:	2410710		
		Œ				Kenn	agrar (@	_)
Hors portée						المستيها		/.
Raison ou n		t de la déclara			dossior	le confirmation	<u> </u>	

LNDD	ENREGI	STREMENT	Version : Date :	J 09/06/2006
FICH	IE RECAPITUL	ATIVE DES ANALYSE	S PRESENTEES	
		ECHANTILLON		Tays' 1
Nº de laboratoire :	F0/871		échantillon:	495474
Produit(s) confirmé(s):	Analyx is	otopique 13c/mc		
pH mesuré en conf :	ح رفيان		affichée en conf :	1,025
			Réfractometre n° :	- du
			Densité corrigée :	1,065
建	CONFIL	ineathon of a fight	IVP - S tell -	
Essain°:		EC 31		
Mode opératoire de prépara	tion :	M-EX- որ A	Version :	c
Mode opératoire d'analyse :		M-AN- Տ ــ ነዛ፣	Version :	A B
CG/SM (SCAN).	CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3 [
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV [
IMM	EPO I	CG/C/IRMS	Cytométrie	
	- A CONTROL	VIDIONAS EMPRODEEN SEL	TANKATE TANKAT	
Essai nº :		EC		
	*ta= 7 ::772	M-EX-	Version:	
Mode opératoire de prépara			Version:	
Mode opératoire d'analyse :		M-AN-	<u> </u>	
;	CG/SM (SIM)		CG/SM (SCÄN)	-
CL/SM (SIM)	· CL/SM2	CL/SM3	CL/UV	<u> </u>
CENDIM (DIMI)				
Concentration estimée:				
Concentration estimée:				
Concentration estimée:		Wiwinton Otev Vinera	MARCHES SEE	
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·				
Concentration estimée: * Concentration corrigée :	(Fige)		Wersion:	
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara	equirities (CONTI):			
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse :	eenri:	MIATRON OLEANIBREA	Version :	
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD	equirities (CONTI):	MIATRON OLEANIBREA	Version :	
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée:	eenri:	MIATRON OLEANIBREA	Version :	
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD	etion: CG/SM (SIM)	MANITON OU ANTION A M-AN-	Version :	
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé :	etion: CG/SM (SIM)	MANITON OU ANTION A M-AN- DEMONIACIER APPELLE	Version :	
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM)	etion: CG/SM (SIM)	MANITON OUANTINIA M-AN- BERSTAGER VEROLE ES08 -HES (CG/SM)	Version :	IMM ES06 - IMM
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM)	edion: CG/SM (SIM)	M-AN- M-AN- ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS	Version :	IMM ES07 -EPO
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM)	edion: CG/SM (SIM) ES03	M-AN- BENSTA GERAPIOLE ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS BB -LCH (CL/SM/SM)	Version :	ES06 - IMM ES07 - EPO ESS01 - HBOCs
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM)	edion: CG/SM (SIM) ES03	M-AN- M-AN- ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS	Version :	IMM ES07 -EPO
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02 -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM) ES04 -H (CG/SM)	edion: CG/SM (SIM) ES03	M-AN- BENSTA GERAPIOLE ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS BB -LCH (CL/SM/SM)	Version :	ES06 - IMM ES07 - EPO ESS01 - HBOCs
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM) ES04 -H (CG/SM) ES03C -LCH (CL/SM)	edion: CG/SM (SIM) ES03	M-AN- M-AN- ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS BB -LCH (CL/SM/SM) 05 -MS2 (CG/SM/SM)	Version :	ES06 - IMM ES07 - EPO ESS01 - HBOCs ESS02 - TS
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM) ES04 -H (CG/SM) ES03C -LCH (CL/SM) Code opérateur de l'analyst	ESO:	M-AN- M-AN- ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS B -LCH (CL/SM/SM) Code opérateur du Date et paraphe	Version: Version: CG/SM (SCAN)	ES06 - IMM ES07 - EPO ESS01 - HBOCs ESS02 - TS
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM) ES04 -H (CG/SM) ES03C -LCH (CL/SM)	ESO:	M-AN- M-AN- ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS B -LCH (CL/SM/SM) Code opérateur du Date et paraphe	Version: Version: CG/SM (SCAN)	ES06 - IMM ES07 - EPO ESS01 - HBOCs ESS02 - TS
Concentration estimée: * Concentration corrigée : Essai n° : Mode opératoire de prépara Mode opératoire d'analyse : CG/TSD Concentration mesurée: * Seuil corrigé : ES02 -BBS (CG-SM) ES02C -EPH (CG/SM) ES03 -CD (CL/SM) ES04 -H (CG/SM) ES03C -LCH (CL/SM) Code opérateur de l'analyst	ESOS ESOS ESOS ESOS ESOS ESOS ESOS ESOS	M-AN- M-AN- ES08 -HES (CG/SM) ES08B -PS B -LCH (CL/SM/SM) Code operateur du Date et paraphe:	Version: Version: CG/SM (SCAN)	ES06 - IMM ES07 - EPO ESS01 - HBOCs ESS02 - TS

USADA 0006

3

Codification : E-Fiche Labo-01 ENREGISTREMENT LNDD Version : Q FICHE DE SUIVI ANALYTIQUE DE RESULTAT Date: 18/05/2006 ENDEDESTRUCTIONEDES PHANTILLEONS Page 24 12 Berlinger Nore Numero Labo: 178/07 Medecin BORGABL Sport Cyclisme (UC) Epreuve (F.E.) TDE 2006 expelie 17 shilling ्राक्षा स्टब्स्क विकास Recept Edit Date(s) de Prél = 20/07/2006 Date MT HES: Date de mise en lube a 2 6 655 Date MT EPO: Observation Délai 48H BRG/HES Réclamate N Ecares EAn Operateur 1 dev 1/8 | 3 dev 1/0 - 1 de 6/4/4)xe: Operateur Filtrat (E) volume 95 95 65 pH-pande 5 in teliacity 1030 A CAL A OQ ES0Z-Eph IgE g - (P S081 HES of the Resulting V rifte - 100 (1) A et B accouplés : A et B détruits: par:

Enregistrement

Codification: E-Fiche_Labo-01 Version Q Date 18/05/2006

BIGHEDESHIVE AVELLARIO HE DERESERVADO

	######################################	CONCLUSIO		Date of Wisa a
Echantillon	Présence de			
	ber di	1 V 4 - 16 /4		
	Depistage	1100 AMA	- Control Section of Extraction	
	Presence de	Tanana ika dina		
	三、	(4		
	Dépistage		Coni	
	Presence de	lb.	ां स्थानकः विकेशिकासम्बद्धियाः ।	
		perement sidei)	e da sedit de	
				74.
	Depistage	Control Contro	Confr	
	Presence de su	ipérieure au / proch	a une concentration	
	(f /=	Late of the Alanders of the Al		Na S Aust
	Depistage.		Conf	
W 495497	ND les récults	is de(s) l'essai(s)	ESPLATE Soil mas forelement	15/Fil6
S	exploitables en re interférence main	aison a une inhibi	tion de la divisit , due a une	***
			Rando L. C. BOA	TO ROTE OF
	等。 [1]	《公司》(1985年)	LE brighte (14-104) 2 3 9 mm (14 5023)	4 Same
	强烈的产生的第三人称单数的		Cheptopy School Williams	<u>ie jį 62 sirk</u>
	dans ce cas	indiquer le nombre de	Jewilles William 4	ভান্তী (১৪/১৯) -
RESIDERA	SNORMAUX	Date of Visa	RESULTATS NORWAUX	Philosol Visa
	602 6010	18/18/18	ZIVE ZANGYEN (OMES	Veories
1776 1875	na Trégative pour les essais	· Land	TOUR (TESTALESO)	
	LESION ESOS		ERO	02 (D) 106
		Ecart	THE WHOLE E	
			who distre	
Rechtrehi	negative pour les	12/0/96	HES COMPANY AND THE STATE OF TH	100 le
ossali ES	(3 et E803B (HA)		Se ocherche d'HEA négative	
		Ecart	Pour l'essai ES08B≠	fc fr
	The second second second	COMPLETE STATE	THE PROPERTY OF THE PROPERTY O	The same of the same of the same

USADA 0008

Cet enregistrement est à archiver au dévartement Logistique Technique

ENREGISTREMENT

Codification: E-Fiche-labo-01B)

Version: A

Date: 01/07/2004

FICHE COMPLEMENTAIRE POUR LA CONCLUSION DES RESULTATS ANALYTIQUES

Numéro de la feuille:

Numéro de Labo: 178/07 Analyses concernées:

□analyses Conventionnelles Chimie LC Danalyses Conventionnelles Chimie GC

□analyses Conventionnelles Immunochimie

Manalyses Spécialisées Chimie GC: ☐ HES 12C/13C

□analyses Spécialisées Biologie: EPO

□analyses Spécialisées Biologie (et Chimie): HBOCs

CONCLUSION (à dater et signer par le Responsable technique):

995474: l'analyse de l'échantillon par spectro de masse de rapport isotopiq (0031) indique une origine exogène de métabolites de la testoctérone, cohérente avec une prise de telle on de l'un de ses précuraeurs. L'origine exagére des métabolites de la telrostèreme a été

dojectivée un la base d'un apparurissement isotopique de 3,93% et 6,14%., respectivement pour les métabolites

androsterme et 5x androstanediol.

Seul de positivité de l'AMA: apparent sostopa > 3%.

(±0,8% interne au laboratoire).

pH=52. d=1,025

De 25/07/06

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-TE-05 A Version: B Date: 22/08/2005 2/2
	TRACABILITE DES FLACO	NS A ET B

Chaîne de possessioo des flacoos B:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du traosfert
28/07/2006 - 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005

1/2

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opėrateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris1	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005

2/2

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction I	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 ^{tme} analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation .	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pes de positif ou dans le dossier positif.

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Г	Dáriada •	Semaine du 17 a	u 21 juillet 2006		
		NT / GESTION DES		SECRETAR	IAT
RECEPTION	(et récention par suppleauce)			33 (C Loubet) 32	(K. De Min)
17 (B.Testine)	11 (S. Roussau)	V13 (J. Azzopardi) Absent	V8(F. Neveu)	Spules	B
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio)	V21 (W. Rahali)	V22 (J. Alexia)	Secrétaires tech	nniques
	Techniciens de l	a logistique technique	et vacataires TDF		
			CON	TROLE CHIMIE LC	
16 (T. Rousseau)	Préparation ES08 (HE Mise en tube		·22 (D. Redon)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
45 (F. Zavodski)	Préparation ES02 / ES Mise en tube	502C	19 (M. Garcia)	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube	
35 (E. Després)	Préparation ES04 / E Mise en tube	:\$05	20 (A. Barlagne)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés Remplacements éventuels Maintenance LC/MS ⁿ	
24 (J. Chauveat	Maintenance GC/MS Lecture des tracés	Su	19 (M. Garcia)	Lecture des tracés	
37 (C. Galatola	Maintenance GC/M Lecture des tracés	S ⁿ	31 (N. Laudet)	Confirmation LC/MS ⁿ Remplacements éventue	ls
28 (M. Carious)	Confirmation GC/N	AS ⁿ			
23 (R. Barlagr	confirmation GC/I	MS ⁿ	Dévelop	pement et remplacements é	
17 (L. Déterpis	gny) Confirmation GC/	MS"	1. Whausi	s) V20 (F Inacio)	V21 (W Rat
maply	7		V19 (S. Pipard	30 (G. Bondu)	
		CONT	ROLE IRMS	+	
		CONI	NO DE LIMITA	V2 (A. Batisse)	Confirmation I

Chimistes Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

Développement

En formation

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Semaine du 17 au 21 juillet 2006

CONTROL E IM	IUNO, HBOCs, TS	CON	TROLE EPO
41 (l. Roulland)	Contrôle L.H., bHCG Contrôle HBOCs	44 (L. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gaillard)	Mise en tube Contrôle Transfusion	42 (JA. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO
_Callos	Bie	ologistes	

VALUE ATION DES	RESULTATS (et a	pprobation des résultat	s par suppléance)	
GC/MS*		/MS	IRMS	IMMUNO
18 (E. Cerpolini) (L. Pasoand)	14 (I. Bailloux)	27 (A. Lahaussois) A. Lahaussois	49 (C. Mongongu)	13 (N. Crépin)
E Leaguin The	Responsable	es de secteurs		

	APPROBATION DES RESULTATS	
GC/MS' et LC/MS'	IRMS	IMMUNO et EPO
09 (Dr. N. Meetlin)	10 (Dr. C. Buisson)	08 (Dr. F Lasne)
M Rechy	Gyd CB	

Chiefs do department	
VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
00 (7) 31 34664(9)	05 (Dr. S. Ferary)
04 (Dr. A. Molina) 29 (A. Laurenc) 09 (Dr. N. Medali)	- Abserte.
Resp de la logistique bechnique Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse	Charge d'étude, Responsable de la documentation

d'analyse et de la gestion des échantillons

APPROBATION DES RA	APPORTS D'ANALYSE	
01 (Pr. V de Caunta) 09 (Dr. N. Méchin)	08 (Dr. F/Lasne)	05 (Dr. S. Ferary) Absente
	responsables techniques	Chargé d'étude, Responsable de la doc.

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Samedi 22 juillet 2006

ECEPTION	ENREGISTREMENT / GESTION DE (et réception par supplé	S ECHANTILLUNS ance)	SECRETARIAT
	Zava sandh mara Bras. O'BEC.		33 (C Loubet)
hargé d'accueil	V20 (F. Inacio) V21 (W. Rahali)	V22 (J. Alexia)	Secrétaires techniques
	Techniciens de la logistique techniqu		TO CHARLES OF
C	ONTROLE CHIMIE GC		TROLE CHIMIE LC
16 (T. Rousseau	Préparation ES08 (HES) et ES08B (PS) Mise en tube		Préparation ES03 (CD) Mise en tube
45 (F. Zavodski	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube	19 (M Garcia)	Préparation ES03B (LCH) Mise en tube
16 (T. Rousseau	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube	20 (A. Barlagne)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés
17 (L. Déterpign	J ecture des tracés	27 (A. Lahaussois)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés
37 (C. Garatola Coolotale	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	27 (A. Lahaussois)	Confirmation LC/MS ⁿ
18 (E. Cerpolin		·	
		Développ	ement et remplacements éventuels
		30 (G. Bondu)	14 (I. Bailloux)
	·		
	CONT	ROLE IRMS	
26 (C. Frela	Confirmation IRMS 49 (C Mongories Développement	Confirmation IRMS Développement	Confirmal Développ En format

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Samedi 22 juillet 2006

15 (A. Gaillard) Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube Contrôle HBOCs Contrôle HBOCs Contrôle HBOCs Contrôle HBOCs Contrôle HBOCs Contrôle HBOCs 42 (JA. Martin) Développement	CONTROLE IMMUNO, HBOCs, TS			CONTI	ROLE EPO	
Développement	15 (A. Gaillard)	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBO	13 (N. Crépin)	Contrôle LH, bHCG		Contrôle EPO Développement EPO
(autoria)	15 (A. Gaillard)	Contrôle Transfusion	\		42 (JA. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO

GC/MS*	RESULTATS (et approbation des résultat LC/MS ^a	TRMS	IMMUNO.
18 (E. Cerpolini)	27 (A. Lahaussois)	49 (6 Mongongu)	13 (N. Crépin)
	Responsables de secteurs APPROBATION DES RESULTATS		

IMMUNO et EPO

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
10 (A Lauran)	
	Charak d'átuda

Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Responsable Assurance qualité

Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse

Chargé d'étude, Responsable de la documentation

/ .	APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE	
01 (Pr de Ceaunds)		
/ lu	- all tacksiones	Charaé d'étude

Decteur du laboratoire

Chefs de département, responsables techniques

Chargé d'étude, Responsable de la doc.

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Γ	Péri	ode : Dimanche 23	juillet 2006	
RECEPTION	ENREGISTREMI	ENT / GESTION DES E réception par suppléanc	CHANTILLONS	SECRETARIAT
RECEPTION		гесерион раз вирроване		33 (C Loubet)
Chargé d'accueil	V20 (F. Inacio)	V21 (W (Rabali)	V22 (J. Alexia)	Secrétaires techniques
		Jal 2		

CON	TROLE CHIMIE GC		CONTROLE CHIMIE LC		
28 (M. Cariou)	Préparation ES08 (FIES) et Mise en tube	ES08B (PS)	22 (D. Redon)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
35 (E. Després)	Préparation ES02 / ES020 Mise en tube		22 (D. Redon)	Preparation ES03B (LCH Mise en tube) '
35 (E. Després)	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube		14 (I. Bailloux)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracés	
12 (1) Partaud	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		23 (R. Barlagne)	Confirmation LC/MS ^a	
09 (N. Méchin)	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés				
28 (M. Cariou) OlGred 9 86	Confirmation GC/MS ⁿ				·
-			Dévelop	cement et remplacements é	ventuels
		CONTRO	LE IRMS		
	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongonga)	Confirmation IRMS Développement		Confirmation IRM Développement En formation

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur Planning du chargé d'études

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

22 : ..: Ilat 2006

	CONTROLE IMMU	NO, HBOCs, TS		CONT	ROLE EPO
Contrôle HBOCs Mise en tube		Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs	44 (L. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO	
I (I. Roulland)	Contrôle Transfesion				Contrôle EPO Développement EPO
		Bio	ologistes	<u>. </u>	
	VALIDATION DES	RESULTATS (e	t approbation des rés	oktats par suppléar	ice)
G	C/MS"		LC/MS"	IRMS	IMMUNO
		14 (I. Bailloux	5	49 (C Money	(No.
		Response	bles de secteurs		
		APPROBATIO	N DES RESULTATS	3	
GC/MS" et LC/MS" IRMS IMM				IUNO et EPO	
09 (Dr.	N. Méchin)	Chafe do démantem	ent, responsables techn		(Dr. F. Lasne)
					ATION DES RESULTA
VERIFICAT	TON DE LA CONFOR	(WITE DES RAT	09 (Dr. N. Méch		
Resp. de la logis et de la gestion e Responsable As	des échantillons	ppléantes pour la d'a	vérification des rappor malyse	ts Respons	Chargé d'étude, able de la documentatio
-/.	AI	PPROBATION D	ES RAPPORTS D'AI	NALYSE	
01 (P. I. de Ce					
100	oratbire	Chafa da danasta	ment, responsables tec	hniaues	Chargé d'étud

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

1/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Semaine du 24 au 28 juillet 2006

RECEPTION				SECRET.	ARIAT
47 (B. Terrine)		13 (J. Azzopardi)	V8 (7) Neveu)	33 (C Loubet)	32 (K. De Min)
11000110	Terfiniciens de la la	ogistique technique	et vacataires TDF		
CO	NTROLE CHIMIE GC		CON	ROLE CHIMIE LC	
16 (T. Rousseau)	Préparation ES08 (HES) et Mise en tube	ES08B (PS)	17 (112. Otto 0.1.)	Préparation ES03 (CD) Mise en tube	
37 (C. Galatola)	Préparation ES02 / ES02C Mise en tube		22 (D. Redon)	Préparation ES03B (LCI Mise en tube	1)
35 (E. Després)	Préparation ES04 / ES05 Mise en tube		31 (N. Laudet)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des traces	
24 (J. Chauveau)	lofaintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés		22 (D. Redon)	Maintenance LC/MS ⁿ Lecture des tracès	
45 (F. Zavodski)	Maintenance GC/MS ⁿ Lecture des tracés	-	20 (A. Barlagne)	Confirmation LC/MS ⁿ	·
28 (M. Cariou)	Confirmation GC/MS ⁿ		27 (A. Lahaussois)	Confirmation LC/MS ⁿ	
23 (R. Barlagne)			Développ	ement et remplacements	éventuels
17 (L. Déterpigny			27 (A. Lahaussois)	V20 (F. Inacio)	V21 (W. Rahali
			V19 (S. Pipard)	30 (G. Bondu)	
		CONTR	OLE IRMS		
26 (C. Frelat)	Confirmation IRMS Développement	49 (C. Mongongu)	Confirmation IRMS Développement imistes	V2 (A. Batisse)	Confirmation IRM Développement En formation

ENREGISTREMENT

Codification: E-PLG-01

Version: C

Date: 13/09/2005

2/2

PLANNING COMMUN DLT / DCDC / DRDC / DRDB

Période: Semaine du 24 au 28 juillet 2006

CONTROLE IN	MMUNO, HBOCs, TS	CONT	ROLE EPO
41 (I. Roulland)	Contrôle LH, bHCG Contrôle HBOCs Mise en tube	44 (L. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO
15 (A. Gailfard)	Contrôle Transfusion	42 (JA. Martin)	Contrôle EPO Développement EPO

VALIDATION DES RESULTATS (et approbation des résultats par suppléance)

GC/MS*

LC/MS*

IRMS

IMMUNO

18 (E. Cerpolini)

L. Dascard D. 14 (I. Bailloux)

27 (A. Lahaussois)

Responsables de secteurs

APPROBATION DES RESULTATS

	APPROBATION DES RESULTATS	
GC/MS" et LC/MS"	IRMS	IMMUNO et EPO
Of M. Mechin	10 (Dr. C. Buisson)	08 (Dr. F. Lasne)
Che	fs de déportement, responsables techniques	

VERIFICATION DE LA CONFORMITE DES RAPPORTS D'ANALYSE	PRESENTATION DES RESULTATS
104 (Dr. A. Moling) - 10 (A. Laurent) 09 (Dr. N. Méchin)	05 (Dr. S. Ferary) Abschte

Resp. de la logistique technique et de la gestion des échantillons Responsable Assurance qualité Suppléantes pour la vérification des rapports d'analyse

Chargé d'étude, Responsable de la documentation

APPROBATION DES RAPPORTS D'ANALYSE

01 (Dr. I. de Ceaurist 09 (Dr. N. Méchin) 08 (Dr. F. Lasne) 05 (Dr. S. Ferary)

Absente

Chargé d'étude,

Chargé d'étude, Responsable de la doc.

Remarques:

N'apparaissent dans ce planning que les personnels susceptibles d'être impliqués dans des analyses de contrôle antidopage. (manipulation des échantillons, analyses, résultats,...). N'apparaissent pas les personnels administratifs ou les personnels techniques ne faisant que de la recherche, du développement ou du soutien logistique (métrologie, gestion des substances de référence,...). De même, n'apparaissent pas les fonctions annexes à l'activité de contrôle antidopage (chargé d'instrumentation, correspondant qualité, responsable H&S,...).

The state of the s
13 Elling
SDSciolite / Spo
Moti se on de monte d'esse e support Middle d'altre te que de la compansa de la c
##################################
No T de s (c
antillons. I S rip and B require the state of the state o
BUR995474
Springs to the property of the
AND THE RESERVE OF THE PROPERTY OF THE PROPERT
avor ata pris aca de have
Signature du M Fenn Signature di Docte
USADA 0021 ds Dépistage du dopage — 143, avence Rogar-Salengro — 52291 Tal.: 01-46 50 28

)))))))))

	Vérifiés par :
FICHE DESTINEE AU LABORATOIRE NATIONAL D	E DEPISTAGE DU DOPA'- 2006/
Joindre obligotoirement les PV et cette fiche avec les pré	levements biologiques $\frac{1}{17\hat{\epsilon}_{07}}$
Identification du médecin ayant effectué les prélèvements	<u>:</u>
Nom/Prénom (en lettres majuscules): BORDABEA	My bliand
14 W/1 V/140.	
64500 f flandehm Té	
Identification des contrôles : En compétition	
Le contrôle a-t-il été diligenté par une D.R.J.S.: oui no	a 😾 si oui laquelle :
Fédération: FFC VCI Guls	10 7
Nom de l'épreuve: Tom du Franco 1 Lieu: NOK Zi W E D	t element of
Lieu: MOKZIWE D	ate:20./.D.T.1
N° prélèvements :	
MOFO MOFO	M D F D M D F D
BUR994179 BUR995474	BUR994178
□Urine □Sang □Sérum □Urine □Sang □Sérum □Urine □	ISang OSérum OUrine OSang OSérum
MOFO	M D F D
Coline County	Sang □Sérum □Urine □Sang □Sérum M □ F□ M □ F□
MOFO	
Dileine I	Sang □Sérum □Urine □Sang □Sérum
Urine □Sang □Sérum □Urine □Sang □Sérum □Urine □	Janig Goording Co
Commentaires:	
	·
m 1974 1 1 de Aria de Smid e	
Tracabilité de la chaîne du froid:	2007
Trajet: Lieu de prélèvement/domicile (ou cabinet): Ambia Stockage sur le lieu de collecte: Ambia	
Lieu de collecte (adresse où s'est effectué l'enlèvement d	es échantillons):
Dénomination (Domicile/cabinet/laboratoire):	- Li DOVO VTSO
Adresse: Vin da Thank	
Enlèvement effectué le : LO/0.7/0.6	•
Reçu au LNDD le :	
Version du 17/11/2005	**** \ D \ 0000



Commentaires:

ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS (Echantillons et Documents)				
Du Docteur : BORDABERRY, Gérard	du .	20/07/2006		
Transporteur : DYNAPOST		. * -		
N° du Bordereau d'expédition :				
Date Réception des prélévements : 20/07/2006	Des Docur	ments : 20/07/2006		
Organisme : Cyclisme (UCI)		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Epreuve et Lieu: TDF 2006 étape n°17 à Morzine				
Nombre total d'échantilions recus : 3 A +	3 B			
Numéro(s) des echantillon(s)	ha.			
994178 994179 995474				
Numéro(s) Laboratoire attribué(s): 178/07				

Adeline MOLINA-PAUL Responsable Logistique

DRJS:

ENREGISTREMENT

Codification: E-AR-02

Version: C

Date: 28/06/2005

ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS sans document de livraison

Cas d'un TRANSPORT AU LABORATOIRE par chauffeur sans document de livraison

Organisme.:	ucī	
Epreuve et lieu :	17° Elique	
Date du contrôle :	20107/06	

Nombre total d'échantillons reçus :

Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon
901, 169			·
991, 182			
230 145			
901, 128	11	·	
905 171	a figure a serie	*	
220 141			
961 179			
334 112			
			<u> </u>
			1499 86
			11,9946/
	Y.		
<u></u>	1		

Commentaires:

P-19:427

Sang a' ti'C

RECEPTI	ON	ATIT.	AROR	ATOIRE
TRANSPORT OF THE	1711	$\Delta V L$		* * * * * * * * * * * * * * * * * * *

TRANSPORTEUR

Date et heure: 20-07-06

Nom: SIMONET,

Nom: RAHALI

Signature: 🖎

Signature:

Cachet:

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE

143, av. Roger Salengro 92290 CHATENAY-MALABRY

72290 CHATENAY-MALABR.
Tel.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17
Tel.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17
SINEAT 1990 25 187 6 1991 est à archiver avec les documents de la série dans la salle de réception

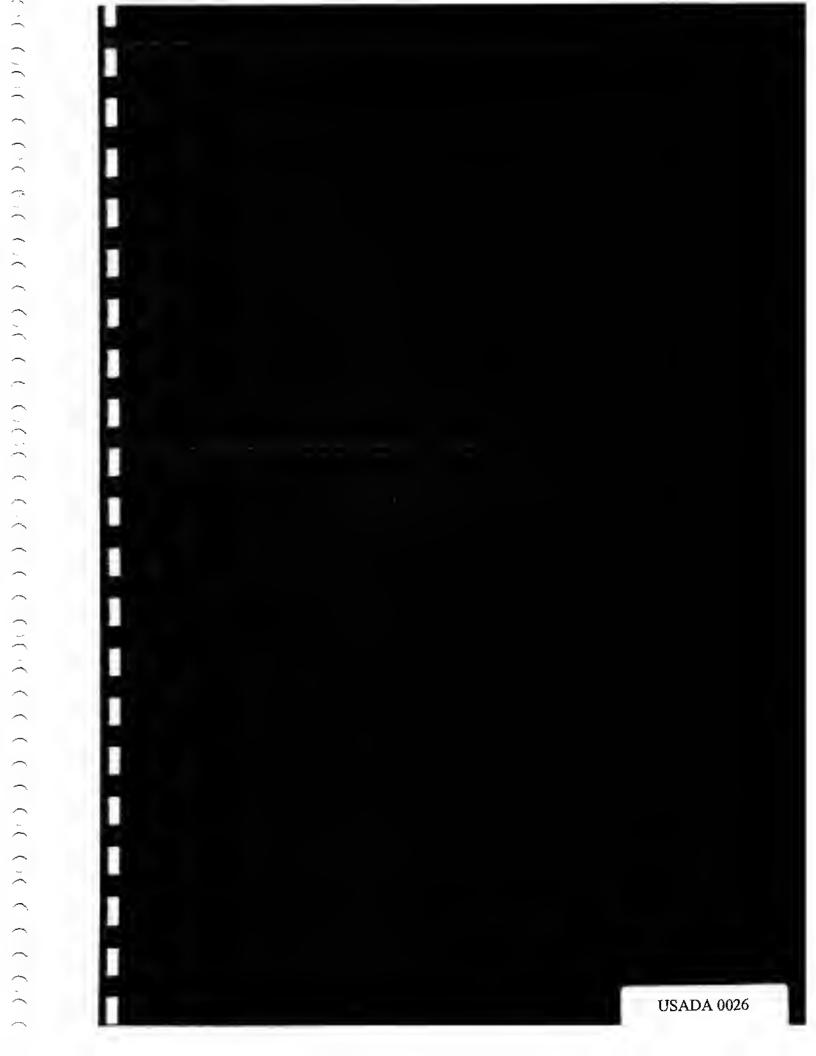
ENREGISTREMENT

Codification : E-EA-01

Version: D Date: 29/01/2006

ECART ANALYTIQUE Nº...96...

CONSTATE par: Nom de l'Opérateur : GALATOLA. Le : All 1106 Signature : colotola .
NOM-de l'appareil: MSD.IS, IS, AJ, 23 NUMERO de séquence :
Screening ou Confirmation TYPE de famille : Anabo
SEDIÉ ET NI IMEBO(S) d'échantillon(s):
DESCRIPTION DE L'ECART: 30H Stamp cold waith daws tous les recol 0x8
dans un nouveau recol c'est à dur 2 fots mous fort
PARTIE A REMPLIR AVEC LE RESPONSABLE
TRANSMISE AU RESPONSABLE: Nom: DECMIN Le: 21 46
MESURE IMMEDIATE PRISE: Locept ation can co on it produit
Servent à Cester l'appareil mais re seavent pas à calibres
DECISION SUR L'ACCEPTABILITE DE LECART: (le Nº de tout écart doit être reporté sur la fiche labo)
- Est-ce une déviation par rapport : D à l'Essai accrédité, si oui lequel :
a l'Essai validé mais non accrédité, si oui lequel :
A a un document qualité de prescription, si oui lequel :
- Pondération de la déviation: très mineure (elle ne compromet pas le résultat et conduit à un résultat qui reste couvert par la portée d'accréditation) mineure (elle ne compromet pas le résultat mais conduit à un résultat qui n'est pas couvert par la portée d'accréditation, HP à écrire sur la fiche labo) majeure (elle peut influer sur le résultat), en quoi:
En cas de déviation majeure, le client est alors averti de 2 manières possibles sur le rapport d'analyse: par un Nota Bene lorsque cela est nécessaire pour l'interprétation des résultats (NB à écrire sur la fiche labo)
par un résultat hors portée d'accréditation (HP à écrire sur la fiche labo)
CAUSE(S) PROBABLE(S): Ecreur de encentration de la solution mie de You stangel
ACTION(S) CORRECTIVE(S) (action visant à éliminer les causes de l'écart): No
launion de trus la aliquete de recal 018, agent le 16 ml le col de 3'04 stoma a C: 6,1 mg/ml. Printignotage de la relation obtenue (#13.014)
Mesure(s) Préventive(s) (action visant à réduire la probabilité d'apparition d'un tel écart): N°
Date et Signature de l'Opérateur Si AC et/ou AP décidée(s) Date et Signature du Responsable Date et Signature du RAO 1141/
cgalatola. MITIS
1116. Cet enregistrement est à transmettre à l'Assurance Qualité



SECTION 2 TECHNICAL PART

2.1 Immunological screening

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date :27/02/2006

1/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

Objet

Description du mode opératoire pour la recherche par immunofluorescence des hormones peptidiques LH et β-

Il concerne toute personne impliquée dans les analyses de dépistage rapide et de vérification.

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Documents cités

M-E-04 ; M-V-13 ; M-TE-05 ; I-TE-03 ; I-CONF-06 ; I-LEC-06 ; I-LEC-06B ; E-Remis-06 ; E-Remisconf-01 ; I-M-11

Au cours de l'analyse, renseigner l'enregistrement de suivi des aliquotes : E-TE-02C pour une analyse de screening, E-TE-03G pour une analyse de vérification.

APPLICABLE le

0 2 MARS 2006

Contenu du mode opératoire

Toute personne utilisant l'AXSYM doit faire figurer à l'écran son code opérateur :

- Sélectionner "F6 Niveau d'accès"

- Saisir son code opérateur.
- Sélectionner "Accepter"

ASSURANCE QUALITÉ

Les dosages immunologiques de dépistage rapide sont effectués sur les aliquotes échantillons issus de la mise en tube LTE-03.

Les dosages immunologiques de vérification sont effectués sur les aliquotes mis en tube selon I-CONF-06.

Préalablement è toute analyse, s'assurer que la calibration et le contrôle journaliers de l'appareil ont été effectués et validés selon les modes opératoires M-E-04 et M-V-13.

Les aliquotes du dépistage rapide ne sont sortis de la chambre froide à 4°C que lorsque l'automate est prêt. Si l'analyse ne peut être effectuée dans un délai de 5 jours suivant la mise en tube, les aliquotes sont bouchés et placés à -20°C; il seront décongelés selon le mode opératoire M-TE-05. Ces étapes de congélation / décongélation sont consignées dans l'enregistrement de suivi des aliquotes E-TE-02C.

La vérification n'est commencée que lorsque l'eutomate est prét.

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date: 27/02/2006

2/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

Lancement des dosages

Les échantillons à analyser ont été préalablement homogénéisés au vortex, et sont centrifugés 10 minutes à 1370 g (température ambiente) event de procéder à l'enelyse.

Dosages à effectuer

Pour le blanc urinaire et les prélèvements issus de sujets de sexe masculin ou dont on ignore le sexe, les dosages à effectuer sont LH et β hCG; ces analyses sont sélectionnées par le panel M-An08.

Séquence à respecter (dépistage rapide)

- Blanc urinaire
- Echantillons
- Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil
- Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil

SPECIMEN CONFIDENTIEL

- Sélectionner "Liste des demandes"
- Sélectionner "F6 Patient"
- Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le blanc urinaire, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = BIU

"Commentaire" = jjmm-n-BIU-j'j'm'm'-n'

avec:

jjmm = date d'analyse

n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

j'j'm'm' = date de mise en tube

n' = numéro de mise en tube de la journée considérée

(Ex: "Commentaire" = 0603-1-BIU-0503-2

Blanc urinaire aliquoté lors de la deuxième mise en tube du 5 mars et analysé lors de la première séquence du 6 mars)

S'il s'agit dune vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire. De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

Sélectionner "F6 Ajouter"

Saisir l'identité "IDE" de l'échantillon, puis sélectionner le panel M-An08.

"IDE" = Numéro de laboratoire + Numéro de l'échantillon

(Ex: 123/12 123456)

<u>Notes</u>

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date: 27/02/2006

3/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

S'il s'agit d'un échantillon "Remis", l'indiquer par "R" devant le numéro échantillon (Ex : R 123/12 123456) S'il s'agit d'une vérification, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro échantillon + vérif + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d) De même si'il s'agit d'une contre-expertise, renseigner la partie "commentaire" : numéro de laboratoire + numéro

échantillon + CE + lettre différenciant chacun des aliquotes (a, b, c, d)

6 Sélectionner "F6 Ajouter"

Répéter les étapes 5 et 6 pour chaque échantillon.

Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle LH de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-LH.

"IDE" = CQ LH

"Commentaire" = jjmm-n-CQ LH

SPECIMEN

avec:

ijmm = date d'analyse

n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex: "Commentaire" = 0603-1-CQ LH

Contrôle LH de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

S'il s'agit dune vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire. De même s'il s'agit d'une contre-expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire. CONFIDENTIEL

Sélectionner "F6 Ajauter"

10 Saisir l'identité "IDE" et un "commentaire" pour le contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil, puis sélectionner le panel CQ-HCG.

"IDE" = CQ HCG

"Commentaire" = jimm-n-CQ hCG

avec:

jimm = date d'analyse

n = numéro de séquence de la date d'analyse considérée

(Ex: "Commentaire" = 0603-1-CQ hCG

Contrôle β hCG de fin de séquence de l'appareil pour la première séquence du 6 mars)

Notes

S'il s'agit dune vérification, ajouter "vérif" à la suite du commentaire.

De même s'il s'agit d'une contre expertise, ajouter "CE" à la suite du commentaire.

11 Sélectionner "F6 Ajouter"

12 Sélectionner "F1 Sortir" pour revenir à l'écran "liste des demandes"

13 Imprimer la liste des demandes et l'archiver à la date du jour dans le classeur C-MA-Axsym Echantillons.

- Sortir les portoirs désignés par l'appareil du carrousel échantillons. Distribuer dans les cuves échantillons, placées sur les portoirs selon la liste des demandes :

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J

Date: 27/02/2006

4/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

- Pour le blanc urinaire et les échantillons : 300 µL minimum de chaque urine, à la micro-pipette ou avec les liquipettes, en évitant de remettre en suspension le culot de centrifugation.

- Pour les contrôles de fin de séquence de l'appareil : après homogénéisation et élimination de la première goutte, 6 gouttes du niveau "moyen" du contrôle LH (réf interne : AXR05-AB) et 6 gouttes du niveau "bas" du contrôle β hCG (réf interne : AXR06-AB).

Ex : « 804 : 123/12 123456 » = Cuve échantilion n°4 ; portoir 8, échantilion 123456 de numéro de laboratoire 123/12

Replacer le portoir sur son carrousel.

- S'assurer que l'appareil dispose de suffisamment de cartouches de réaction pour effectuer les analyses demandées. Sinon, en ejouter.
- Lancer i'analyse au moyan de la touche verte "Lancer"

SPECIMEN

- Placer les tubes contenant le reste d'urine et les contrôles à +4°C.

Lorsque les analyses demandées sont terminées, l'AXSYM imprime automatiquement un rapport de résultats pour chaque échantillon ; ceux-ci sont dépouillés selon les instructions de lecture I-LEC-06 (dépistage rapide) ou I-LEC-06B (vérification).

Lorsque l'automate refuse de rendre un résultat :

- Imprimer l'exception, puis l'effacer de façon à ce que le résultat de l'autre dosage soit imprimé.
- "Remettre" l'échantillon concerné : renseigner l'enregistrement "E-Remis-06" ou "E-Remisconf-01"
- Lors de la nouveile analyse de cet échantillon, celui-ci est dilué 2 fois :
 - Analyse LH: dilution evec le calibrateur A (0 UI/L) AXR11-AB.
 - Analyse β hCG : dilution avec le Specimen Diluent Dil-AB.

Si un résultat est obtenu, ne pas oublier de le multiplier par 2. Si l'analyse est de nouveau impossible, imprimer l'axception.

A l'issue des analyses :

- Jeter les godets échantillons dans un container jaune.

- Effectuer les maintenances nécesseires selon l'instruction I-M-11.

CONFIDENTIEL

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN-08

Version: J Date: 27/02/2006

5/5

ANALYSES IMMUNOLOGIQUES SUR L'AXSYM

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Nathalie CREPIN	15/02/2006	Carl.
vérifié par	Francoise LASNE	17/02/2006	all of
vérifié par	Aurélie LAURENT	27/02/2006	THE PARTY OF THE P
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	27/02/2006	(lle

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
H	- Modification du paragraphe concernant les analyses non rendues par l'automate.	07/01/2005
I	 Préciser que le lancement de l'analyse se fait dans la foulée de la centri. Lors d'une vérif, préciser "verif" devant le numéro d'échantillon 	03/02/2006
J	Il existe un mode op de décongélation des aliquos, mais il n'étati écrit nulle part à quel moment il était nécessaire de les congeler.	27/02/2006

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-02C

Version: H Date: 10/12/2004

1/1

DEPISTAGE RAPIDE IMMUNOLOGIE : FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mc⇔ operatoire M	-An-08	Version	7			·
Lot calibrateurs LH 36	613 210	0	Lot calibrate	eurs β-hCG	36 467 Q.	100
Lo t contrôles LH	612210	0	Lot contrôfe	s β-hCG	35 330 8	مطري
Lot réaclifs LH 40	62 Q.10	0	Lot réactifs	β-hCG	39 5%	2100
Remis Mise en tube : date et n°	118/01 		Code blanc urina	ire 204_	1-Blu	- 2104. 1
Operation	Date	Heure	i depu	ilezijon suri)	alerol villse	/ Craphe
Congélation éventuelle Décongélation	/	h h	Congel.	ou	CH-FR.	
Prise en charge de la mise en tube	20106	10°10		.Sans o	bjet	IR
Vortex et centrifugation	20106	10 h10	Centri. 8		·	IR
Lancement de l'analyse, stockage des tubes à 4°C	210106	10 h20	Refrig. (3	ou	CH-FR.	IR

		 	 	 	
Remarques					
	1				
	[•			

12 10

20706

Destruction des tubes

L'original de cet enregistrement est à conserver dans le classeur C-Fiches suivi-limm, une cople est fournit avec le dossier de la série.

Sans objet

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE 143 avenue ROGER SALENGRO 92290 CHATENAY MALABRY IDENTIFICATION APPAREIL: AXSYM

RAPPORT ECHANTILLON

,IDE: 178/07 995474

IDP:

Nom:

Date: 21/07/06

	DOCACE	RESU	TATS	UNITES	INTERPRETATION	DILUTION	LIMITES	
	DOSAGE						0.00 - 12.00	
	BhCG 21/07/06	10:59	1.45	IU/L		011212		
•	LH 21/07/06			IU/L		UNDILUTED	0.00 - 40.00	

Date :21010b	
Résultats : Dans les normes	م.
☐ A vérifier	76
Remarques:	

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.2 Natural hormone screening

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-SCREENING

Date: 31/03/2006

1/1

SPECIMEN

LISTE DES ESSAIS DE DEPISTAGE RAPIDE

ASSURANCE QUALITÉ LNDD

ODE de l'Essai	MATRICE analysée	ABREGE de la familie recherchée		MODE OPERATOIRE DE PREPARATION	MODE OPERATOIRE D'ANALYSE
ES 02	Urine	BBS	Recherche par CG/SM de molécules basiques extractibles par SPE échangeuse de cations-Méthode de semi-quantification de la Morphine	M-EX-02	M-AN-04
	Urine	EPH	Recherche et semi-quantification des éphédrines	M-EX-02	M-AN-02C
ES02C		<u> </u>	Recherche par CLHP/UV/SM de diurétiques et	14 EV 02C	M-AN-32
ES03	Urine	CD	corticostéroïdes	M-EX-03G	WI-AIN-32
ES03B	Urine	LCH	Recherche par CLHP/SM multiétage d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31
	71	LCHQ	Recherche par CLHP/SM d'anabolisants	M-EX-03D	M-AN-31B
ES03C			Recherche CG/SM de molécules à effet		1
ES04	Urine	ANABO (ou H)	anabolisant et autres molécules extractibles par SPE apolaire avec semi-quantification des stéroïdes endogènes et des molécules à seuil de positivité	M-EX-04	M-AN-06B
ES05	Urine	ANABO (ou MS2)	Recherche CG/SM/SM de molécules à effe		M-AN-07E
ES06	Urine	IMM (ou Immunologie	Dosage par immunofluorescence des hormone	M-AN-08	M-AN-08
ES07	Urine	EPO	Analyse par focalisation et doublimmunohlotting d'isoformes des erythropoiétines	M-EX-23	
ES08	Urine	HES ou HE	A Recherche de l'hydroxyéthylamidon par CG/SM	M-EX-22	
ES08		_	Recherche de polysaccharides par colorimétrie	M-EX-50	M-AN-5

ESS01	Sang		Recherche d' Hemoglobin-Based Oxygen Carriers par éléctropborèse	
ESS02	Sang	Transfusion sanguine (TS)	Recherche des transfusions sanguines homologues par cytométrie en flux	-MILL

N.B: Les codes des essais sont inscrits en gras lorsqu'ils sont dans la portée d'accréditation valide

EVOCUTIONS - TANK A SECOND - NAME OF THE PARTY OF THE PAR

	Mutif	Dute diffusion
Date de créatiun 02/2006	 Le mode opératoire de préparation dans l'ESO3 a changé ce n'est plus le M-EX-03B mais le M-EX-03G Cf. E-INFO n°56. Dans l'ESSOI le mode opératoire d'analyse n'est plus le M-AN-53. Ajout de l'ES08B. Ajout de l'ES02B. Suppression de l'essai ES10 (Mésocarb par GC/MS) 	16/03/2006
	DE difference de l'ESO2R en ESO2C	17/03/2006
03/2006 J	Modification du Mode Opératoire d'analyse de l'ESO4 (M-AN-06B au lieu de M-AN-06).	31/03/2006

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04

Version: D

Date: 03/11/2005

1/3

METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

Documents utilisés: M-P-03B, I-N-25, I-M-01, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-TE-02J SPECIMEN

$\Delta n r$	-TD A	THE R	ONS
6122			111.5

RÉACTIFS ET PRODUITS

Prise d'essai = 2 mL

Tubes 16x100

Pipette 1-5 mL, cônes de 5 mL

Ajouter 100 μL de SIm02

Pipette Eppendorf à déplacement positif

Combitips

Solution de 17amethyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide +

salbu D3 (CH-FR.1)

Agiter au vortex

Vortex

Ajuster à pH = 7 en agitant au vortex

Ajouter 1mL de tampon pH=6.5

Papier pH 0-14

Flacons compte gouttes K2CO3, CH3COOH

Vortex

Dispensette

Solution tampon pH 6.5

(CH-FR.1)

Agiter au vortex

Vortex

Ajouter une goutte de β-glu

Flacon compte goutte

β-glu: β-glucuronidase (CH-FR.1)

Agiter au vortex Boucher les tubes Vortex

Bouchons

CONFIDENTIEL

Hydrolyser 1h à 55°C

Etuve

ASSURANCE QUALITÉ LNDD

Laisser refroidir à température ambiante

Ajouter 100 µL de tampon pH=11

Pipette Eppendorf à déplacement positif Combitips

Solution tampon pH 11

Agiter au vortex

Vortex

Ajuster à pH = 9 en agitant au vortex

Papier pH 7-14 Vortex

Flacons compte gouttes K2CO3,

СНЗСООН

Centrifuger 5 min

Centrifugueuse à 4000 tr/min

Tubes à hémolyse 12,5x100 Transvaser le surnageant

APPLICABLE le

0 3 NOV. 2005

Extraire par SPE selon la méthode ANABO Cf I-N-25 et I-M-01

Gilson ASPEC XLA Cartouches Bond Elut C18, 200mg/3mL Bouchons d'étanchéité

Tubes à hémolyse 12,5x75

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04

Version: D

Date:03/11/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET: BOUCHER ET STOCKER LES TUBES A +4°C

(temps de conservation max : 3 jours)

Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75 CH-FR-1

Evaporer jusqu'à séchage complet (de 20 à 30 min)

Bain à sec à 60 °C + Soufflettes

Azote

Sous la hotte et à température ambiante Ajouter 50 μL de réactif H et boucher les tubes

Seringue

Solution de réactif H (CH-FR.1)

Bouchons pour tubes à hémolyse 12,5x75 Cf M-P-03B

Agiter au vortex

Dériver 20 min à 60°C

Vortex

Bain à sec Tubes fermés

Conditionner en vials préalablement identifiés selon I-TRAC-01 En prélevant d'abord ~ 21 µL pour la MS2 puis ~ 20 µL pour les H

Vial polypropylène à insert 200 μL Capsule à sertir

SI L'APPAREIL N'EST PAS PRET: CONSERVER LES VIALS A TEMPERATURE AMBIANTE (temps de conservation max: 24 h)

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04

Version: D Date:03/11/2005 3/3

METHODE DE PREPARATION DES ALIQUOTES - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

viant .	a Pasinneigneenge		Signer				
édigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	ellari	ह्यं .			
vérifié par	Nathalie MECHIN	thuit.					
vérifié par	Aurélie LAURENT	03/11/2005	A Of				
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	03/11/2005		1000			
		NEW WORK					
		<u> CENTURA</u>		V			
N° Version	N	lotif		Date			
В	rassemblement de M-EX-04, M-EX-04F, G et H, ne plus mettre dans le 17/03/2003 titre le critère "hydrolyse" .Ajouter ce critère ainsi que celui du réactif utilisé dans le contenu du doc.						
С	 Ajout d'une étape pour la pridoivetit être repréparés pour Salbuille Précision sur l'homogénéisation 17/03/04) Ajout de l'étape de remplissage (action 7, audit 26) L'évaporation des phases organis INFO du 10/05/04) Mode opératoire concemant unit recal et mix (création de M-EXMI) 						
D	Note d'information N°38: si salt l'échantillon. Réajustement du temps de sécha	-					

SPECIMEN

Précision d'une étape : vortexer les tubes après ajout du réactif H.

avec l'azote qu'avec l'air).

CONFIDENTIEL

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EXMIX-04

Version: B

Date: 03/11/2005

1/2

METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

Documents utilisés: I-N-25, I-M-01, M-P-03B, I-TRAC-01.

Remplir l'enregistrement E-PMIX-04

MATÉRIEL

RÉACTIFS ET PRODUITS

opér/	ATIONS	MATERIEL	REACTIFOR
RECAL H	MIX MS2	-11	(ST 120 1)
Prise d'essai == 3 mL de tampon pB 6,5	Prise d'essai = 2 mL de hlanc urinaire + 1 mL de tampon pH 6,5	Tubes 16x100 Pipette 1-5 mL Cônes	Blanc urinaire < 5 jours (CH-FR.1) Solution tampon pH 6,5 (CH-FR.1)
Ajouter 50 µL de Recal H	Ajouter 50 µL de Mix MS2	Seringues de 50 μL	Solution de Recal H (CH-FR.1) Solution de mix MS2 (CH-FR.1)
Ajouter 100 µL de THC-M		Seringues de 50 μL	Solution de THC-M: STUP 32 (CH-FR-1)
Agiter	r au vortex	Vortex	·
	0 μL de SIm02	Pipette Eppendorf à déplacement positif et combitips	Solution de 17α méthyltestostérone + Androstérone D4-glucuronide + salbu D3 (CH-FR.1)
Agite	r au vortex	Vortex	
Ajouter 100 p	L de tampon pH=11	Pipette Eppendorf à déplacement positif et combitips	Solution tampon pH 11
Agite	er au vortex	Vortex	
Ajuster à pH =	9 en agitant au vortex	Papier pH7-14 Vortex	Flacous compte gouttes K2CO3, CH3COOH
Centr	rifuger 5 min	Centrifugueuse à 4000 tr/min	
	ser le surnageant	Tubes à hémolyse 12,5x100	URANCE QUALITÉ
Extraire par SPE	selon la méthode ANABO 1-25 et I-M-01	Gilson ASPEC XLA, cartouches Belut C18, 200mg/3mL, bouch d'étanchéité, tubes à hémolyse 12,5;	ODS
Evaporer jus	qu'à séchage complet 20 à 30 min)	Bain à sec à 60 °C + Soufflettes	Azote
Sous la hotte e Ajouter 50 µL de r	t à température ambiante éactif H et boucher les tub	Seringue Bouchons pour tubes 12,5x75	Solution de réactif H Cf M-P-03B (CH-FR.1)
Ag	iter au vortex	Vortex	APPLICABLE le
Dériver 20 min à 60°C		Bain à sec Tubes fermés	0 3 NOV. 2005
Conditionner en v	vials préalablement identifi on I-TRAC-01	Vial polypropylène à insert 200 μL Capsule à sertir	

Pipette, cones 200 µL

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EXMIX-04

Version: **B**Date::03/11/2005

2/2

METHODE DE PREPARATION DU RECAL ET DU MIX - DEPISTAGE RAPIDE ANABO

	The standard consession	THE STATE OF THE S	Singuis
rédigé par	Marjorie CARIOU	02/11/2005	olcariot.
vérifié par	Nathalie MECHIN	02/11/2005	C. feekin
vérifié par	Aurélie LAURENT	03/11/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	03/11/2005	1/1/1
арргонтор			

<u>, </u>	Motif	Date
 Version 		03/12/2004
•	Création du document. Réajustement du temps de séchage : 20 à 30 min (séchage à l'azote plus rapide qu'avec de l'air). Précision d'une étape : vortexer les échantillons après avoir ajouté le réactif H.	l .

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT

Codification: E-INFO

Version: C

Date: 09/07/2004

1/1

COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s): M_EXMIX_O4

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, date de début d'application:..... date de fin d'application:

DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des)doc.concerné(s))

date de début d'application: 19,45

Modification apportée:

Lors de la préparation du Mix MS2, aparter: . 50 pl de Mix MS2 (comme undiquer dans le made operatoire) + 10 pl de MIX bis

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

L N D DASSURANCE COLLITE

ASSURANCE QUALITÉ LNDD

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

Identification par un NUMERO...4.V..
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant au Département Assurance Qualité

LNDD ENREGISTREMENT Codification: E-TE-02J Version: B Date: 18/07/2006 1/1 DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES

Mode opératoire d'extract	ion: M-EX-04	Version: D
Date et nº de la mise en tr		Code du CQ H: 028C
CO*, densité et pH du BI		Code du CQ MS2: OOA G
n° Séries ou Echantillons :	2019; FFG400 FC1021	47107-

Opération	Date	Heure de début	Heure de récupération	Identification du matériel utilisé	CO*+ paraphe
Stockage à + 4°C					<u> </u>
Ajout du SIm02	21646L	SRUD		Code du Sim02: 31th	₹D
Mise à pH 7	2162104	9RUS		Code du tampon pH 6.5:	35
Hydrolyse	21676	9850	Johss	DLU*** de la βglu: 1615 105.	€D35
Mise à pH 9	216764	128/5		Code du tampon pH 11:	35
Extraction	0.16766	11830	# 13R30	Gilson nº:	35
Stockage à +4°C			1		70
Evaporation	21676	13830	Juhac	Bain à sec n°: 7	35
Dérivation	2110315	Juh23	Juku:	DLU *** du réactif H: Old oc Bain à sec n°: ^ ^	₹0 €0
Mise en vial	21671%	1	5	ate Limite d'Utilisation	35

^{*} CO: Code Opérateur - ** BLU: Blanc Urinaire - ***DLU: Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-Fiche de suivi ANABO et une photocopie est à mettre dans le dossier de

ENREGISTREMENT.

Codification: E-PMIX-04

Version: C

Date: 18/07/2006 1/1

111

DEPISTAGE RAPIDE ANABO - FICHE DE SUIVI DU MIX ET RECAL

Mode opératoire de prép	paration: M-EXMIX-04	Version: B
Préparation n°:	CO*, densité, pH du BL	45 ph. 7
Code du RECAL H:	028-A	le du THC-M: 5TUP32-019-10
Code du MIX MS2:	Code du te	ampon pH 6,5: 706 0606 - 11

Opération	Date	Heure de début	Heure de récu ération	Identification du matériel utilisé	CO*+ parapbe
Ajout du SIm 02	2001.06	ARD'		Code du SIm 02: 031#	€D 35
Mise à pH 9	2010706	ARIS		Code du tampon pH 11:	£0 35
Extraction	20107106	1780	20169KG	Gilson n°:	€0
Evaporation	216766	9ROS.	9830	Bain à sec n°: 18	ED 35
Dérivation	2154106	9R 31	9851	DLU *** du réactif H : 02686 Bain à sec n° : 1	35 €D
Mise en vial	21107106	9851			35

* CO : Code Opérateur

** BLU: Blanc Urinaire

*** DLU : Date Limite d'Utilisation

L'original de cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-PMIX.

```
C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN06B_B.M
Control Information
-----
Sample Inlet : GC
 Injection Source : GC/ALS
 Injection Location : ALS
          Use MS : Yes
 6890 GC METHOD
 Maximum temp: 325 'C.
 Initial temp: 170 'C (On)
                                   Equilibration time: 0.50 min
  Initial time: 0.00 min
· Ramps:
 # Rate Final temp Final time
1 3.00 230 0.00
2 30.00 300 4.67
    3 0.0(Off)
Post temp: 0 'C
- Post time: 0.00 min
 Run time: 27.00 min
                                 BACK INLET (UNKNOWN)
RONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)
  Mode: Split
  Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 170.0 kPa (On)
  Split ratio: 10:1
 Split flow: 13.2 mL/min
  Total flow: 17.8 mL/min
Gas saver: Off
  Gas type: Helium
                                 COLUMN 2
. LUMN 1
                                    (not installed)
  Capillary Column
 Model Number: Agilent 19091Z-008
  Max temperature: 325 'C
 Nominal length: 17.0 m
Nominal diameter: 200.00 um
Nominal film thickness: 0.11 um
   Mode: constant pressure
 Pressure: 170.0 kPa
   Nominal initial flow: 1.3 mL/min
Average velocity: 59 cm/sec
   Inlet: Front Inlet
   Outlet: MSD
 Outlet pressure: vacuum
                                  BACK DETECTOR (NO DET)
 "MONT DETECTOR (NO DET)
                                   SIGNAL 2
. GNAL 1
                                     Data rate: 20 Hz
 🚕 Data rate: 20 Hz
                                     Type: test plot
   Type: test plot
                                     Save Data: Off
   Save Data: Off
                                     2ero: 0.0 (Off)
 Zero: 0.0 (Off)
                                     Range: 0
   Range: 0
                                     Fast Peaks: Off
   Fast Peaks: Off
                                     Attenuation: 0
. Attenuation: 0
                                   COLUMN COMP 2
 DLUMN COMP 1
                                      (No Detectors Installed)
  (No Detectors Installed)
  TERMAL AUX 2
```

Use: MSD Transfer Line Heater

```
Description:
  Initial temp: 300 'C (On)
  Initial time: 0.00 min
     # Rate Final temp Final time
     1 0.0(Off)
                                      POST RUN
                                         Post Time: 0.00 min
TIME TABLE
                                          Parameter & Setpoint
 Time
            Specifier
                              GC Injector
    Front Injector:
                                   0
        Sample Washes
                                    3
        Sample Pumps
                                2.00 microliters
       Injection Volume
                                10.0 microliters
       Syringe Size
       PreInj Solvent A Washes
       PreInj Solvent B Washes
       PostInj Solvent A Washes
       PostInj Solvent B Washes
                                  0 seconds
       Viscosity Delay
                                 Fast
       Plunger Speed
       PreInjection Dwell
                                 0.00 minutes
        PostInjection Dwell
                                 0.00 minutes
    Back Injector:
 parameters specified
. Column 1 Inventory Number : hp
  Column 2 Inventory Number :
                             MS ACQUISITION PARAMETERS
  'eneral Information
 .,, -----
                         : atune.Կ
  ine File
                        : Scan/SIM
  equistion Mode
  : Information
   -----
                         : 3.00 min
   :lvent Delay
 1.0
 : False
                         : 200
  'y Offset
                         : 1964.7
  esulting EM Voltage
 ' Raw Scan Parameters]
                          : 50.0
   ow Mass
                          : 800.0
  , igh Mass
                          : 150
   areshold
                                  A/D Samples 2
                          ; 1
   ample #
  -Sim Parameters]
  ROUP 1
                          : 1
    oup ID
                          : Low
   solution
                         : 86.00
                          ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( 71.00, 10) (86.00, 10) (100.10, 10) (178.10, 10) (223.20, 10) (266.20, 10)
  ot 1 Ion
                                                                     10)
   ns/Dwell In Group
                                      10) (223.20, 10) (266.20, 10) (295.20, 10) (333.30, 10) (356.30, 10) (369.30,
                                                                       10)
                           (178.10,
                                                                       10)
                           (294.20,
                                                                       10)
                           (348.30, 10) (356.30,
                                                                USADA 0046
```

```
10) (377.30,
                                                                                                         10)
                                                       10) (372.30,
                                    (371.30,
                                                                               10) (440.40,
                                                                                                         10)
                                                       10} (426.40,
                                    (392.30,
                                                       101
                                    (441.40,
 ROUP 2
                                   : 2
 roup ID
                                    : Low
 Solution
                                   : 4.00
roup Start Time
                                   : 86.00
                                   ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
 lot 1 Ion
                                    ( 86.00, 10) (178.10, 10) (266.20, (300.30, 10) (333.30, 10) (335.30, (348.30, 10) (369.30, 10) (371.30, (372.30, 10) (440.40, 10) (441.40,
ons/Dwell In Group
 ROUP 3
                                     : 3
Moup ID
                                     : Low
solution
                                    : 5.00
Youp Start Time
                                    : 86.00
                                   ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                     (72.00, 10) (86.00, 10) (98.00,
  ons/Dwell In Group
                                     (104.10, 10) (175.10, 10) (190.10, 10) (200.20, 10) (209.20, 10) (217.20, 10) (234.20, 10) (266.20, 10) (275.20, 10) (276.20, 10) (291.20, 10) (293.20, 10) (300.30, 10) (308.30, 10) (309.30, 10) (335.30, 10) (361.30, 10) (410.40, 10) (417.40, 10) (432.40, 10) (433.40, 10) (491.40, 10) (505.50, 10) (520.50, 10)
ROUP 4
                                     : 4
 Froup ID
                                      : Low
solution
                                     : 10.00
Moup Start Time
                                      : 86.00
                                      ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                      (86.00, 10) (143.10, 10) (194.10, 10) (235.20, 10) (272.20, 10) (358.30, 10) (362.30, 10) (405.40, 10) (417.40, 10) (420.40, 10) (422.40, 10) (432.40, 10) (436.40, 10) (448.40, 10) (491.40, 10) (505.50, 10) (520.50, 10)
 rans/Dwell In Group
                                                        10) (520.50,
                                      (505.50,
 1 ROUP 5
                                     : 5
  roup ID
  *esolution
                                      : Low
                                     : 11.50
  Coup Start Time
                                      : 169.10
                                      ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
    ons/Dwell In Group
                                       (169.10, 10) (225.20, 10) (241.20,
                                                                                                         10)
                                                          10, (329.30,
10) (405.40,
10) (420.40,
10) (422.40,
10) (432.40,
10) (438.40,
10) (446.40)
                                                                                  10) (329.30,
                                                                                                              10)
                                       {275.20,
                                                                                                             10)
 4 52
                                       (341.30,
                                                                                                             10)
   - -
                                       (419.40,
                                                     10) (432.40,
10) (438.40,
                                                                                                             10)
   , 1*
                                       (431.40,
   • 1
                                                                                                             10)
                                       (434.40,
  * ZÁ
                                       (448.40,
   ·- .
  200
., %OUP 6
                                     : 6
   'oup ID
    asolution
                                      : Low
                                     : 13.00
  coup Start Time
                                      : 91.00
                                       ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
" lot 1 Ion
    ons/Dwell In Group
                                                      10) (144.10, 10) (169.10,
                                       (91.00, 10) (144.10, 10) (169.10, (194.10, 10) (209.20, 10) (220.20, (225.20, 10) (241.20, 10) (270.20, (275.20, 10) (310.30, 10) (315.30, (326.30, 10) (329.30, 10) (341.30, (343.30, 10) (345.30, 10) (353.30, (393.30, 10) (395.30, 10) (405.40, (417.40, 10) (419.40, 10) (431.40, 10)
                                        (91.00,
                                                                                                               10)
  .
                                                                                                               10}
   311
                                                                                                               10)
                                                                                                              10)
                                                                                                              10)
                                                                                                                10)
                                                                                                                10)
  13.
                                                                                                 USADA 0047
  251
```

```
10) (433.40,
                         (432.40,
                                                                         10)
                                                        10) (446.40,
                                      10) (443.40,
                         (435.40,
                                                                         10)
                                                        10} (485.40,
                                      10} (482.40,
                         (448.40,
ROUP 7
                         : 7
oup ID
                         : Low
-usolution
                        : 14.00
Toup Start Time
                         : 130.10
                                    Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
/:bt 1 Ion
ons/Dwell In Group
                         ( Mass,
                                                        10) (194.10,
                                    10) (130.10,
                         (129.10,
                                                                          10)
                                                         10) (209.20,
                                       10) (208.20,
                          (206.20,
                                                                          10)
, î
                                                         10) (234.20,
                                       10) (221.20,
                          (220.20,
                                                                          101
1 .
                                                         10) (307.30,
                                       10) (275.20,
                          (270.20,
                                                                          101
                                                         10) (339.30,
                                       10) (326.30,
                          (322.30,
                                                                          10}
                                                         10) (345.30,
                                       10) (343.30,
                          (341.30,
                                                                          10)
                                                         10) (368.30,
                                       10) (360.30,
                          (353.30,
                                                                           10}
                                                         10) (415.40,
                                       10) (413.40,
                          (412.40,
                                                         10) (430.40,
                                                                           10}
                                       10) (428.40,
                          (417.40,
                                                         10) (433.40,
                                                                           10)
                                       10) (432.40,
                          (431.40,
                                                                           10)
                                                         10) (437.70,
                                        10) (435.40,
                                                     10) (446.40,
                           (434.40,
                                                                           10}
                                        10) (444.40,
                           (443.40,
                                                                           10)
                                                         10} (485.40,
                                        10) (452.40,
                           (448.40,
 ROUP 8
                          : 8
 moup ID
                          : Low
solution
                          : 15.00
 Soup Start Time
                           : 130.10
                           ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
flot 1 Ion
                                                          10) (143.10,
  bns/Dwell In Group
                           (129.10, 10) (130.10,
                                                                            10)
                                                         10) (206.20,
                                       10) (195.10,
                           (157.10,
                                                                            10)
                                                        10) (270.20,
                                       10) (234.20,
                           {208.20,
                                                                            10)
                                                         10) (331.30,
                                       10) (301.30,
                           (284.20,
                                                                            10)
                                                        10) (415.40,
                                       10) (360.30,
                                                       10) (430.40,
10) (437.40,
10) (449.40,
10) (466.40,
                           (343.30,
                                                                            10)
                                       10) (421.40,
                           (417.40,
                                                                            10)
                                       10) (432.40,
                           (431.40,
                                                                            10)
                                       10) (448.40,
                           (446.40,
                                                                            10)
                                       10) (452.40,
                           (451.40,
                                        10) (522.50,
                           (468.40,
 ROUP 9
                           : 9
  * voup ID
                           : Low
  esolution -
                           : 16.50
 Troup Start Time
                           : 246.20
                            ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                     10) (301.30, 10) (355.30,
  Tens/Dwell In Group
                            (246.20,
                                         10) (393.30,
10) (439.40,
10) (446.40,
10) (473.40,
                                                                             10)
                                                           10} (424,40,
                            (371.30,
                                                                             10)
                                                           10) (441.40,
                            (431.40,
                                                                             10)
                                                           10) (456.40,
                            (445.40,
                                                           10) (488.40,
                            (460.40,
                                                           10)
                                          10) (522.50,
                            (507.20,
    ROUP 10
                            : 10
 ""toup ID
                            : Low
   resolution
                            : 17.40
   'roup Start Time
                            : 117.10
                                       Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
 · | lot 1 Ion
                            ( Mass,
   Cons/Dwell In Group
                                                        10) (267.20,
                                                                              10)
                                          10) (205.20,
                             (117.10,
                                                                              10)
                                                            10) (301.30,
                                          10) (282.20,
                             (279.20,
                                                                              10)
                                                           10) (371.30,
                                          10) (355.30,
  \mathbb{F}_{\mathbb{F}_2}
                             (319.30,
                                                                              10)
                                                            10) (445.40,
                                          10) (441.40,
                             {413.40,
                                                                              10)
                                                            10} (473.40,
                                                        10) (473.40,
10) (501.50,
10) (516.50,
                                          10) (460.40,
                             (456.40,
                                                                              10)
                                          10) (489.40,
                             {488.40,
                                                                              10)
   1:0
                                          10) (504.50,
                             (503.50,
                                           10)
                             (518.50,
    ROUP 11
                            : 11
    coup ID
                             : Low
    esolution
```

10} (434.40,

 $T \cap I$

```
: 18.50
-roup Start Time
                         : 143.10
                                   Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
Glot 1 Ion
                                                                      Dwell)
                         ( Mass,
ons/Dwell In Group
                                                       10) (143.10,
                                      10) ( 72.00,
                         (58.00,
                                                                         10)
                                                        10) (319.30,
                                      10) (307.30,
                         (294.20,
                                                                         10)
                                                        10) (393.30,
                                      10) (387.30,
                          (335.30,
                                                                         10)
                                                        10) (429.40,
                                      10) (405.40,
                          (402.40,
                                                                         10)
                                                       10) (433.40,
                                      10) (431.40,
                          (430.40,
                                                                         10)
                                                       10) (462.40,
                                      10) (454.40,
                          (445.40,
                                                                         10)
                                                       10) (503.50,
                                      10) (470.40,
                          (469.40,
                                                       10) (517.50,
                                                                        10)
                                      10) (507.50,
                          (505.50,
                                                                         10)
                                      10) (520.50,
                                                       10) (522.50,
                          (518.50,
                                                                         10)
                                                       10) (627.60,
                                      10) (552.50,
                          (532.50,
 ROUP 12
                         : 12
Joup ID
solution
                         : Low
                          : 20.00
  oup Start Time
                          : 143.10
                          ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
lot 1 Ion
Cons/Dwell In Group
                                       10) (72.00, 10) (143.10,
                          ( 58.00,
                                                        10) (308.30,
det.
                                       10) (301.30,
                          (294.20,
                                                                          10)
                                                        10) (349.30,
 50
                                       10) (343.30,
                          (322.30,
                                                                          10}
                                                        10) (387.30,
                                      10) (383.30,
                                                     10; (387.30,

10) (403.40,

10) (460.40,

10) (489.40,

10) (517.50,

10) (532.50,

10) (543.50,

10) (558.50,
                          (370.30,
                                                                          101
                                      10) (402.40,
                          (393.30,
                                                                          10)
                                      10) (422.40,
                          (405.40,
                                                                          10)
                                       10) (484.40,
                          (462.40,
                                                                          101
                                       10) (512.50,
                          (507.50,
                                                                          10)
                                       10) (522.50,
                          {519.50,
                                                                           10)
                                       10) (536.50,
                          (534.50,
                                                                          10}
                                       10) (552.50,
                          (545.50,
  GOUP 13
                          : 13
- Joup ID
solution
                          : Low
                          : 21.00
  loup Start Time
 ot 1 Ion
                          : 58.00
                          ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
 Cons/Dwell In Group
                           ( 58.00, 10) ( 72.00, 10) (143.10,
                                                                           10)
                                                         10) (308.30,
                                                                           10)
                                        10) (301.30,
                           (243.20,
                                                         10) (334.30,
                                                                           10)
                           (315.30,
                                        10) (322.30,
                                                         10) (370.30,
                                                                           10}
                                        10) (349.30,
                           (335.30,
                                                         10) (424.40,
                                                                           10)
                                        10) (403.40,
                           (383.30,
                                                          10} (460.40,
                                                                            10)
                                        10) (440.40,
                           (425.40,
                                                          10) (489.40,
                                                                            10)
                                        10) (484.40,
                           (462.40,
                                                          10) (536.50,
                                                                            10)
                                        10) (534.50,
                           (519.50,
                                                          10) (548.50,
                                                                            10)
                                    10) (545.50,
                           {543.50,
                                                                            10)
                                                          10) (558.50,
                                        10) (552.50,
                           (550.50,
  ROUP 14
                           : 14
  "-oup ID
                           : Low
 resolution
                           : 21.50
  Froup Start Time
                           : 58.00
  Spot 1 Ion
                           ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
  Sans/Dwell In Group
                                                       10) ( 86.00,
                                        10) ( 72.00,
                            (58.00,
                                                                            10)
                                                          10) (243.20,
                                         10) (143.10,
                            (100.10,
                                                                            10)
                                                          10) (334.30,
                                         10) (315.30,
                            (308.30,
                                                                           10)
                                                          10) (425.40,
                                         10) (424.40,
                            (335.30,
                                                                           10)
                                                          10) (489.40,
                                         10) (460.40,
                            (440.40,
                                                          10) (550.50,
                                                                            10)
                                         10) (548.50,
                            (493.40,
                                         10)
                            (636.60,
   ROUP 15
                           : 15
  Loup ID
                           : Low
  ] esolution
                           : 22.30
  coup Start Time
                            : 254.20
   Not 1 Ion
                                     Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass,
                                                                          Dwell)
                          ( Mass,
  ons/Dwell In Group
                                                       10) (254.20,
                                      10) (100.10,
                            (86.00,
  1.5
                                                                             10)
                                                          10) (369.30,
                                         10) (368.30,
                            (262.20,
  10)
                                                           10) (468.40,
                                         10) (450.40,
                            (396.30,
                                                                        USADA 0049
```

(493.40, (527.50, (560.50, (632.60,	10) 10)	(506.50, (545.50, (572.50, (636.60,	10)	(524.50, (554.50, (616.60,	10)

imSZones]

9

S Quad : 150 C maximum 200 C ## S Source : 230 C maximum 250 C

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

TUNE PARAMETERS for SN: US10340332

EMISSION : 34.610
ENERGY : 69.922
REPELLER : 34.814
MONFOCUS : 90.157
ENTRANCE LE : 9.500
EMVOLTS : 1764.706
EMUGAIN : 1829.000
EMUOFFSET : 136.000
FILAMENT : 2.000
ENTLEMSOFFS : 17.318
MASSGAIN : -179.000
MASSOFFSET : -12.000

END OF TUNE PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.0

Data File Path c:\text{MSD18\text{JUILLET06\2107\}}
Data File Name 21blu01.D
Operator m37p35
Acq. Method File MAN06B_B.M
Sample Name 2107 blu 2107 H1
Misc Info

Vial Number 3

Instrument Name GC M5D

Calibration Title Calibration des stéroides endogènes

Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006

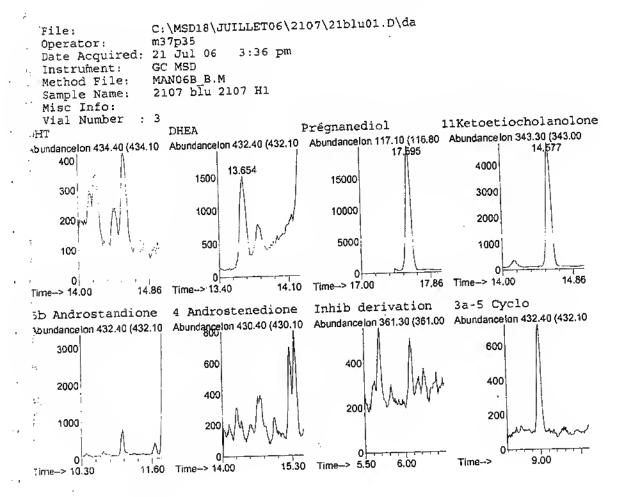
Fichier recal utilise 21rcl03.0

Date: 22.10 Opérateur:8	7106	
C[]	HC []	
Résultats :	Negatif A verifier	[] []
Remarques :	6	

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name Methyltestosterone	Target Response 1,788,970	Amount 200	Units ng/ml
1)	*ISTD	17.00	301.3	Andro -D4 gluc	453,060	798	ng/ml
2)		12.14	438.4	_	1,030,764	194	ng/ml
3)		4.13	372.3	Salbutamol -D3	3,875,172	710	ng/ml
4)		12.20	434.4	Androsterone	2,128,068	381	ng/ml
5)		12.42	434.4	Etiocholanolone		0	ng/ml
6)		0.00	241.2	5a3a dioi	0	23	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	67,799	0	ng/mi
8)		0.00	117.1	Pregnanediol	0	0	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0 .	10	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	50,289	9	ng/ml
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	115,169	8	ng/mi
12)		15.10	432.4	Testosterone	118,839	0	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	_	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	_
		15.83	522.5	11 bOH Etiocholanolone	223,951	43	ng/mi
15)		21.29	548.5	THS	181,600	14	ng/ml
16)		22.04	636.6	THF	4,385,482	355	ng/ml
17)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
18)		14.58	343.3	11 Ketoetiocholanonione	205,105	49	ng/mi
19) 20)		10.15	432.4	3a-5C	1,445		ng/ml

	[5urface]	[concentration]	Valeurs convention de rejet	
	25.3			< 19.1
Ad4 glu / Si *100			Rapport	> 4
τ / ET	1.0	8.5	Concentration	> 200
Testosterone	1 1		Concentration	> 200
<u>Epitestosterone</u>		9.2	Concentration	> 10000
Androsterone		710	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		381	Concentration	> 200
DHEA	<u> </u>	10		> 20
DHT		0	Concentration	> 3
Andro / Etio	1.8		Rapport	
5a3a / 5b3a diol			Rapport	>2
THC -M		0.0	Concentration	> 15
Salb/6alb_D3 * 100		-45.0	Concentration	<u>> 75</u>
Cortisol / THS		0.0		
	1	25.8		
THF / TH5		3.1	Pour info (R&D)
11 bOH etlo / TH5	1	355		•
THE		200		
S1 <u>/3a5</u>	1237.8			

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21blu01.D\da File: m37p35 Operator: Date Acquired: 21 Jul 06 3:36 pm Instrument: GC MSD MANOGB B.M Method File: Sample Name: 2107 blu 2107 H1 Misc Info: Vial Number Methyltestosterone Andro -D4 gluc Abundancelon 438.40 (438.10 to Abundancelon 301.30 (301.00 to TiC; 21blu01.D\datasim.ms 12/138 40000 8000 300000 30000 6000 20000 200000 4000 10000 100000 2000 17.00 12.00 Time--> 16.00 Time--> 11.50 25.00 15,00 20,00 10.00 :ime--> 5.00 Andro-Etio di TMS Andro-Etio mono TMS Cortisol D4 3albutamol -D3 Abundancelon 372.30 (372.00 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundancelon 434.40 (434.10 Abundancelon 272.20 (271.90 4. 30 800 80000 40000 600 400 12,423 60000 30000 400 40000 20000 200 200 20000 10000 11.30 12.87 Time--> 10.00 Time-> 12.00 Time-> 22.50 23.37 4.50 4.00 :a3a-5b3a Diol si 5b < trait : IRMS Epitestostérone - Testostérone THC -M bundancelon 241.20 (240.90 Abundancelon 432.40 (432.10 to 433.10); 21blu01.D\datasim.ms Abundancelon 371.30 (371.00 15/100 12.767 200 14.218 1500 2000 150 1000 100 1000 50 500 17,86 13.17 Time--> 14.00 14.20 14.40 14.60 14.80 15.00 15.20 15.40 Time--> 17.00 /ime-> 12.30 11 BOH A/E THS THE Cortisol Abundancelon 548.50 (548.20 Abundancelon 522.50 (522.20 \bundancelon 632.60 (632.30 Abundancelon 636.60 (636.30 15,552 8000 22.016 - 300000 30000 6000 4000 200000 20000 4000 2000 10000 100000 2000 15,833 16.17 21.86 Time--> 15.30 22.37 Time-> 21.00 Time-> 21.50 ime--> 22.50 23.37 Page 1/16



Page 2/16

C:\MSD18\julllet06\2107\21h08.D

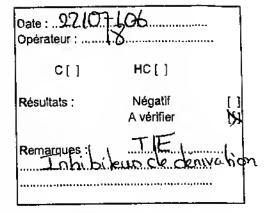
Data File Path C:\msb18\Julliet06\2107\
Data File Name 21h08.0
Operator m37p35
Acq. Method File MAN06B_B.M
Sample Name 178/07 995474 H
Misc Info

Vial Number 11 Instrument Name GC MSD

Calibration Title Calibration des stéroides endogènes

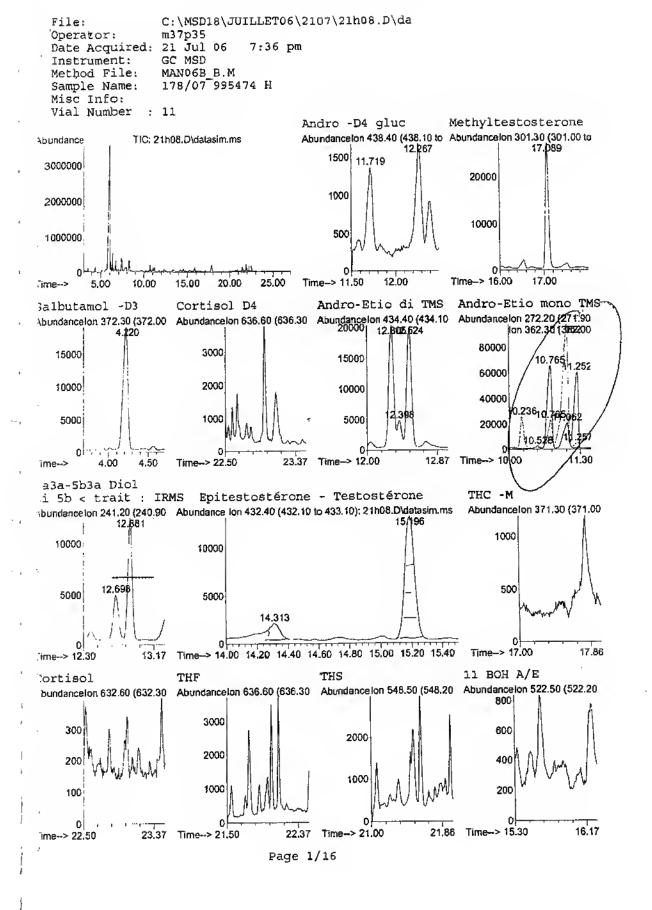
Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006

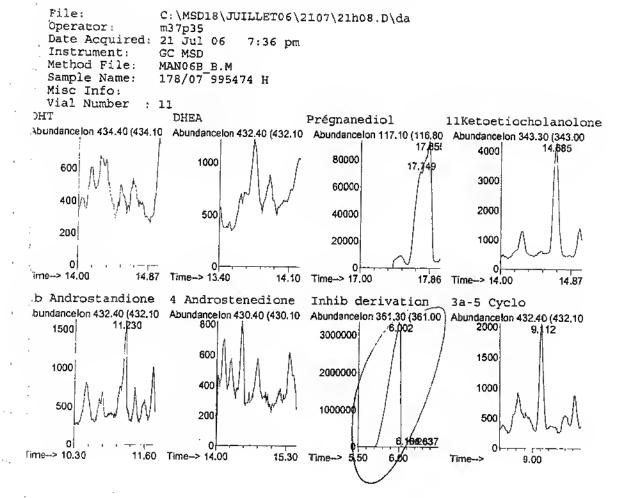
Fichier recal utilise 21rcl03.D



#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.09	301.3	Methyltestosterone	1,209,250	200	ng/ml
2)		12.27	438.4	Andro -D4 gluc	62,604	163	ng/m!
3)		4.22	372.3	Saibutamol -D3	814,633	226	ng/ml
4)		12.30	434.4	Androsterone	846,467	230	ng/ml
5)		12.52	434.4	Etiocholanolone	813,037	215	ng/ml
6)		12.70	241.2	5a3a diol	197,002	96	ng/ml
7)		12.88	241.2	5b3a diol	439,619	224	ng/ml
8)		17.85	117.1	Pregnanedio!	10,142,344	1316	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml
10)		0.00	432.4	DHEA	0	0	ng/ml
11)		14.30	432.4	Epitestosterone	116,467	14	ng/ml
12)		15.20	432.4	Testosterone	57 5,74 5	61	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	Đ	ng/m1
14)	•	0.00	369.3	Salbutamol	0	-45	ng/mi
15)		0.00	522.5	11 bOH Etiocholanolone	0	0	ng/ml
16}		0.00	548.5	THS	0	0	ng/ml
17)		0.00	636.6	THF	0	0	ng/ml
18)		0.00	632.6	Cortisol	0	0	ng/ml
19)		14.68	343.3	11 Ketoetiocholanonlone	183,640	65	ng/ml
20)		10.25	432.4	3a-5 C	23,035		ng/ml

	[Surface]	[concentration]	Valeurs conventio de rejet	
Ad4 gtu / Si *100	5.2			< 19.1
T/ET	4.9		Repport	> 4
Testosterone		60.6	Concentration	> 200
Epitestosterone		13.7	Concentration	> 200
Androsterone		230	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		215	Concentration	> 10000
DHEA		0	Concentration	> 200
DHT		0	Concentration	> 20
Andro / Etio		•	Rapport	> 3
5a3a / 5b3a dioi	1 1		Rapport	> 2
THC -M		0.0	Concentration	> 15
Salb/Salb 03 * 100		-45.0	Concentration	> 75
Cortisol / THS	<u> </u>	#DIV/0!		
THE / THS		#DIV/0!		
11 bOH etio / THS	1 1	#DIV/0!	Pour info (R&0)
THE	1 1	0		•
SI/3a5c				





Page 2/16

D:\msd19\jull07\2507\17807474.0

Data File Path D:\msd19\jull07\2507\
Data File Name 17807474.D
Operator M45P35
Acq. Method File MAN06B_B.M
Sample Name 178/07 995474 H
Misc Info

Vial Number 2 Instrument Name MSD 19

Calibration Title Calibration des stéroldes endogènes

Last Calibration Update Tue Jul 25 15:15:32 2006

Fichier recal utilise 25rc101.D

Date : Opérateur :	30/ka/zl		
C[]	HC[]		
Résultats :	Négatif A vérifier]]
Remarques: Viol. do Co Ja. Scrolar	nf reinfects		

#	Peak Type	Ret Time	5lgnal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	17.14	301.3	Methyltestosterone	1,731,969	100	ng/ml
2)		12.38	438.4	Andro -D4 gluc	104,768	170	ng/ml
3)		0.00	372.3	Salbutamo! -D3	0	0	ng/ml
4)		12.41	434.4	Androsterone	9,973,015	1658	ng/ml;
5)		12.64	434.4	Etiocholanolone	11,119,071	1639	ng/ml
6)		12.78	241.2	5a3a digi	524,770	97	ng/mi
7)		12.94	241.2	5b3ə diol	1,240,694	227	ng/mi
8)		17.79	117.1	Pregnanedio	19,393,646	487	ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	0	ng/ml _i
10)		13 . 81 .	432.4	DHEA	151,077	21	ng/ml
11)		14.35	432.4	Epitest os ter o ne	214,591	11	ng/ml
12)		15.23	432.4	Testosterone	1,093,773	50	ng/ml
13)		0.00	371.3	THC -M	0	0	ng/ml
14)		0.00	369.3	Salbutamol	0	#DIV/01	ng/ml
15)		15.98	522.5	11 bOH Etiocholanolone	554,334	130	ng/ml
16)		21.35	548.5	THS	1,376,986	88	ng/ml
17)		22.11	636.6	THF	32,301,427	2915	ng/ml
18)		22.85	632.6	Cortisol	1,008,236	143	ng/ml
19)		14.73	343.3	11 Ketoetiocholanonlone	2,541,956	309	ng/mi
20)		0.00	241.2	3a-5C	0		ng/mi

	[Surface]	[concentretion]	Valeurs conventi de rejet	
Ad4 glu / Si *100	6.0			< 12.9
T/ET	5.1		Rapport	> 4
Testosterone		49.7	Concentration	> 200
Epitesto		11.1	Concentration	> 200
Androsterone		1,658	Concentration.	> 10000
Etiocholanolone		1,639	Concentration	> 10000
DHEA		20.6	Concentration	> 200
DHT		0.0	Concentration	> 20
Andro / Etlo	0.9		Repport	> 3
5a3a / 5b3a diol	0.4		Rapport	> 2
THC -M		0.0	Concentration	> 15
Salb/Salb D3 * 100	#DIV/0!	#DIV/0!	Concentration	> 75
Cortisol / TH5		1.6		· ····
THF / THS		33.1		
11 bOH etio / THS		1.5	Pour info (R&D)	
THF	· ·	2915		
SI/3a5c	#DIV/0!			

Instrument: MSD 19 Method File: MANO6B B.M Sample Name: 178/07 995474 H Misc Info: Vial Number Andro -D4 gluc Methyltestosterone Abundance TIC: 17807474.D\datasim.ms Abundance Ion 301.30 (301.00 to 302, Abundanceion 438.40 (438.10 to 439) 8000000 12,381 11.789 6000000 2000 20000 4000000 17.681 1000 10000 2000000 n 5.00 10.00 Time--> 15.00 20.00 25.00 Time-> 11.50 12.00 Time-> 16.00 16.50 17.00 17.50 Salbutamol -D3 Andro-Etio mono TMS Abundancelon 272.20 (271.90 to 27 Cortisol D4 Andro-Etio di TMS Abundanceion 372.30 (372.00 to 37 Abundancelon 636.60 (636.30 to 63 | Abundancelon 434.40 (434.10 to 43 3.970 600000 |oh@84530 (362.00 to 36 12.4082.642 200000 10000 2000 150000 400000 100000 5000 1000 11.127 200000 50000 2.790 Time-> 4.00 4.50 Time--> 23.00 12.50 10.50 11.00 Time-> Time-> 5a3a∽5b3a Diol si 5b < trait : IRMS Epitestostérone - Testostérone THC -M Abundance on 241.20 (240.90 to 24 Abundance Ion 432.40 (432.10 to 433.10): 17807474.D\datasim.ms Abundance on 371.30 (371.00 to 37 12,943 20000 30000 15000 2000 20000 12.779 • 10000 1000 10000 14.355 5000 Ω 12.50 Time--> 13.00 14.40 14.60 14.80 15.00 15.20 15.40 Time-> 14.00 14.20 Time-> 17.50 Cortisol THE THS BOH A/E Abundancelon 522.50 (522.20 to 52 Abundance Ion 632.60 (632.30 to 63 Abundanceion 636,60 (636,30 to 63 Abundance on 548.50 (548.20 to 54 22.852 21.348 22211189 15,684 40000 60000 60000 1500000 30000 40000 40000 1000000 20000 15.980 20000 20000 500000 10000 22.053 0 Time-> 23.00 22.00 Time-> 21.00 21.50 Time-> |Time--> 15.5D 16.00 Page 1/16

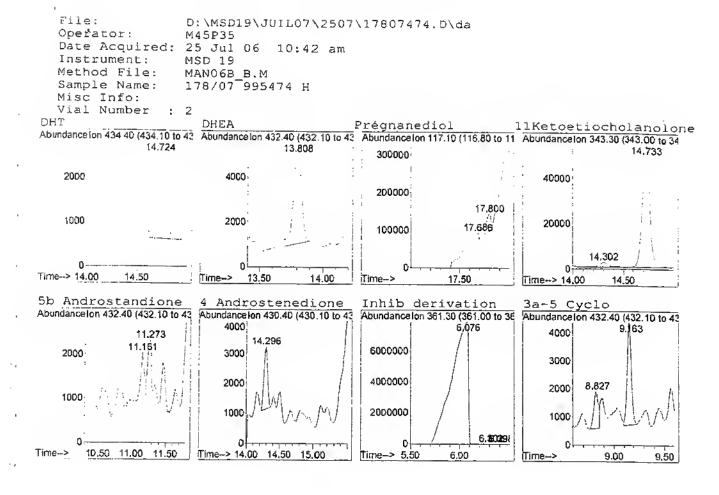
D:\MSD19\JUIL07\2507\17807474.D\da

File:

Operator:

M45P35 Date Acquired: 25 Jul 06 10:42 am

USADA 0058



Page 2/16

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rcl03.D

Data File Path c:\msp18wuilLET06\2107\
Data File Name 21rcl03.D
Operator

Acq. Method File MAN06B_B.M Sample Name 2107 rcl 028 2007 H1 Misc Info

Vial Number 1

Instrument Name GC MSD

Calibration Title Calibration des stéroides endogènes

Last Calibration Update Fri Jul 21 13:26:58 2006

Fichier recal utilise 21rcl03.D

-31
[]

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	Units
1)	*ISTD	16.99	301.3	Methyltestosterone	1,587,292	200	
2)		12.21	438.4	Andro -D4 gluc	62,992	125	ng/mi
3)		4.08	372.3	Salbutamol -D3	472,321	100	ng/ml
4)		12.22	434.4	Androsterone	9,682,254	2000	ng/mi
5)		12.47	434.4	Etiocholanolone	9,908,352	2000	ng/ml
6)		12.61	241.2	5e3a diol	268,022	100	ng/ml
7)		12.77	241.2	5b3a diol	257,498	100	ng/mi
8)		17.60	117.1	Pregnanediol	4,046,186		ng/ml
9)		0.00	434.4	DHT	0	400 0	ng/ml
10)		13.65	432.4	DHEA	457,571		ng/m!
11)		14.22	432.4	Epitestosterone	446,439	100 40	ng/ml
12)		15.10	432.4	Testosterone	498,991		ng/ml
13)		17.36	371.3	THC -M	49,013	40	ng/ml
14)		4.10	369.3	Salbutamol	443,177	15	ng/mi
15)		15.83	\$22.5	11 bOH Etiocholanolone	923,980	94	ng/ml
16)		21.29	548.5	THS	585,640	200	ng/ml
17)		22.04	636.6	THE	•		ng/ml
18)		22.80	632.6	Cortisal	16,444,095	1500	ng/mi
19)		14.57	343.3	11 Ketoetiocholanonlone	473,452	50	ng/mi
20)		0.00	432.4	3a-5C	369,571 0	100	ng/ml пg/ml

	[Surtace]	[concentration]	Valeurs convention de reje	
Ad4 glu / Sī *100	4.0			< 19.1
T/ET			Rapport	> 4
Testosterone		40.0	Concentration	> 200
<u>Epitestosterone</u>		40.0	Concentration	> 200
Androsterone		2,000	Concentration	> 10000
Etiocholanolone		2,000	Concentration	> 10000
DHEA		100	Concentration	> 200
DHT		0	Concentration	> 20
Andro / Etio	1.0		Rapport	> 3
\$a3a / \$b3a diol	1.0		Rapport	> 2
THC -M		15.0	Concentration	> 15
Salb/Salb D3 * 100	94	93.9	Concentration	> 75
Cortisol / THS		1.0		
THF / THS		30.0		
11 bOH etio / THS	i	4.0	Pour info (R&D)	
THF		1500	()	
\$1/3a5c	#DIV/0!			

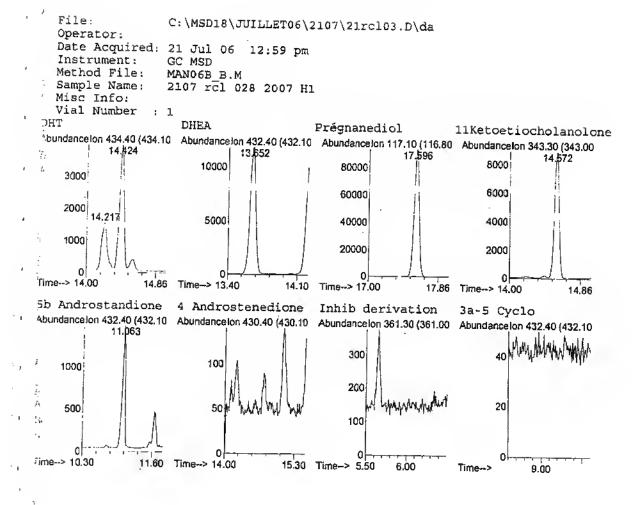
。 下行行者以下可以其中的不可以是一种的人的人,是不是一种的人的人,是一种的人的人的人的人的人的人,也可以是一种的人的人的人的人,也可以是一种人的人的人,也可以是

Date Acquired: 21 Jul 06 12:59 pm GC MSD Instrument: Method File: MANO6B B.M Sample Name: 2107 rcl 028 2007 H1 Misc Info: Vial Number : 1 Andro -D4 gluc Methyltestosterone Abundancelon 438.40 (438.10 to Abundancelon 301.30 (301.00 to Abundance TIC: 21rcl03.D\datasim.ms 12.⊉13 16.991 1000000 30000 1000 20000 500000 500 10000 10.00 5.00 15.00 20.00 25.00 Time--> 11.50 12.00 Time-> 16.00 Calbutamol -D3 Cortisol D4 Andro-Etio mono TMS Andro-Etio di TMS bundancelon 372.30 (372.00 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundancelon 434.40 (434.10 Abundancelon 272.20 (271.90 4.082 200000 12 2 102.471 20000 lon 362.30 (383500) 1000 1500 15000 150000 1000 10000 100000 500 500 5000 50000 Time--> 4.00 4.50 Time-> 22.50 23.37 Time--> 12.00 12.87 Time--> 10.00 11.30 Sa3a-5b3a Diol si 5b < trait : IRMS Epitestostérone - Testostérone THC -M \bundancelon 241.20 (240.90 Abundancelon 432.40 (432.10 to 433.10): 21rcl03.D\datasim.ms Abundancelon 371.30 (371.00 80001 12,697,69 14.215 10000 1000 6000 4000 5000 500 2000 0: "ime--> 12.30 13,17 Time-> 14.00 14.20 14.40 14.60 14.80 15.00 15.20 15.40 Time--> 17.00 17.86 Cortisol THF THS 11 BOH A/E Abundancelon 632.60 (632.30 Abundancelon 636.60 (636.30 Abundanceion 548.50 (548.20 Abundanceion 522.50 (522.20 40000) 15,546 22,041 1000000 30000 30000i 30000 20000 20000 15.829 20000 500000 10000 10000 10000 ~me--> 22.50 23.37 21.86 Time-> 15.30 Time--> 21.50 22.37 Time-> 21.00 16.17 Page 1/16

C:\MSD18\JUILLET06\2107\21rc103.D\da

File:

Operator:



Page 2/16

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

Numéro d'identification de l'appareil: HSD 18

Date: 21 7 106.

1 - Source	e d'ionisation
------------	----------------

MSD

Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire

Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3%

Repeller < 35

Polaris

Ion time > 2 ms

Oui	Non
X	
X	
X	

Observations:

2_	Eta	nchéïté	du	syst	ème

MSD

18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),

44/69 (CO2) < 10%

Polaris

Air et eau: Intensité ion 19 < intensité ion 18

Oui Non

Observations:

3 - Sensibilité

Screening

Recal / Mix conforme

Conf

TP conforme - Fichier:

TP conforme - Fichier:

TP conforme - Fichier:

TP conforme = Fichier:

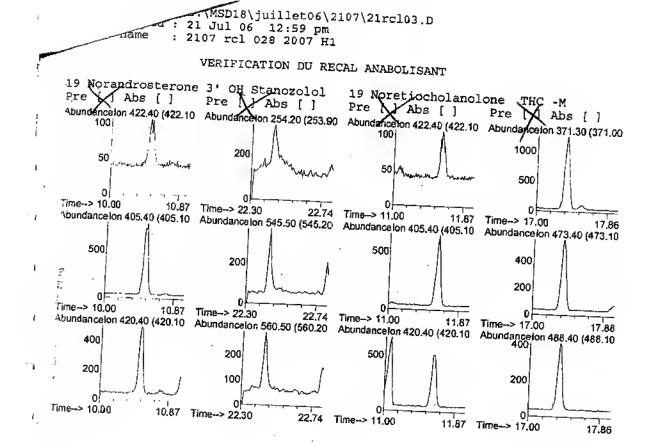
TP conforme - Fichier:

Oui Non
Orforme awar

Observations:

Code opérateur et paraphe : 37 polotola

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil



Fri Jul 21 10:50:37 2006 Instrument: GC MSD C:\MSDCHEM\1\5973N\atune.u Mass 69.10 Mass 219.00 Mass 502.10 Ab 402237 Ab Ion Pol POS MassGain 353944 Ab 70474 Pw50 0.61 Pw50 0.60 Pw50 0.59 MassOffs -11 Emission 34.6 AmuGain 1830 69.9 AmuOffs EIEnrgy 135 Filament 2 Wid219 -0.038 DC Pol POS Repeller 34.81 IonFcus 90.2 HEDEnab ON EntLens 9.5 EMVolts 1718 EntOffs 18.32 Samples 8 PFTBA OPEN Averages 3 Stepsize 0.10 Zones: MS Source 230 Foreline 72 MS Quad 150 66 71 216 221 500 505 Scan: 10.00 - 700.00 Samples: 8 Thresh: 100 Step: 0.10 137 peaks Base: 69.00 Abundance: 387776 100 80 60 40 20 0 100 200 300 400 500 600 Abund Rel Abund Iso Mass Iso Abund Iso Ratio Mass 69.00 387776 100.00 70.00 4355 1.12 219.00 341120 87.97 220.00 14592 4.28 502.00 67320 17.36 503.00 6523 9.69 Air/Water Check: H20~0.95% N2~3.61% O2-1.00% CO2-0.18% N2/H2O-380.57% Column Flow: Front: 1.324 Back: 0 ml/min. Interface Temp: 300 Ramp Criteria: Ion Focus Maximum 90 volts using ion 502; EM Gain 80957 Repeller Maximum 35 volts using ion 219; MassGain Values @Samples: -187@3 -179@2 -171@1 -157@0 -113@FS TARGET MASS: 50 69 131 219 414 502 600

135.0

18.3

135.0

135.0

135.0

18.3

Amu Offset:

Entrance Lens Offset:

135.0

18.3

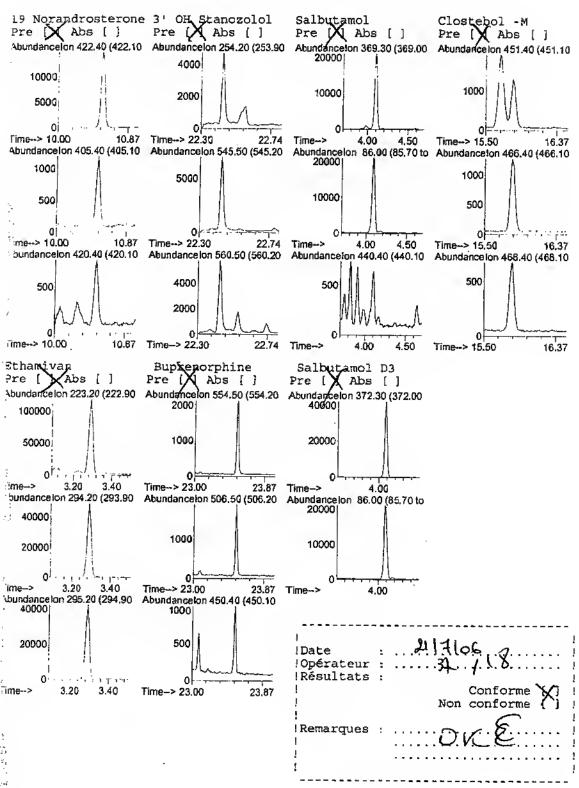
135,0

18.3

: C:\MSD18\juillet06\2107\21cq01.D

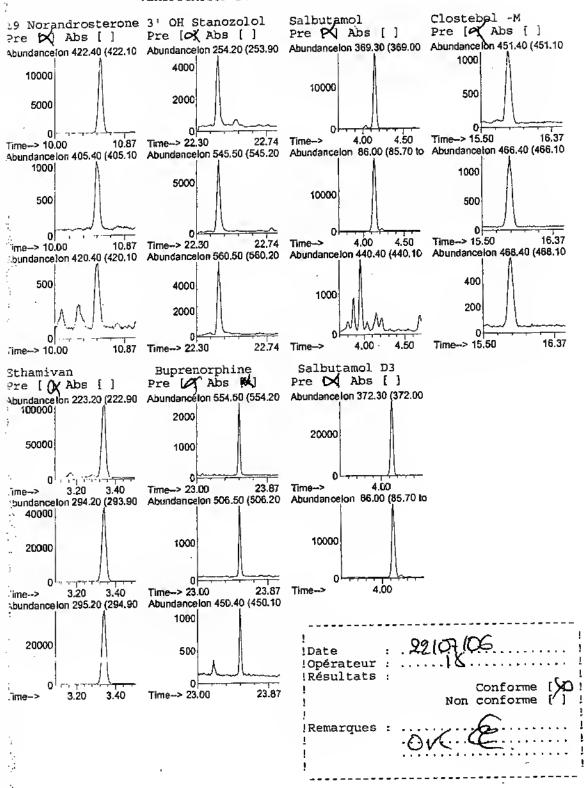
Date Acquired : 21 Jul 06 3:06 pm Dample name : 2107 cq 028c 2107 H1

VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



Ţ

VERIFICATION DU CONTROLE QUALITE ANABOLISANT



FICHE D'ANALYSE / RESULTAT DEPISTAGE RAPIDE CG/SM, CG/TSD ET CL/SM Echantillou: 178/07 995474 Produit suspecté: Estestosterone B Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour: +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6) Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour: Plage d'abondance Tolérance CG Tolérance CL > 50% +/- 50% (en relatif) +/- 15% (en absolu) 25 - 50% +/- 50% (en relatif) +/- 25% (en relatif) < 25% +/- 50% (en relatif) +/- 10% (en absolu) Rq: en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Rèférence intrajour Référence intrajour Tolérance basse Tolérance Dasse Tolérance Dass	
Produit suspecté: Extestosterone CB Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6) Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour : Plage d'abondance Tolérance CG Tolérance CL > 50% +/- 50% (en relatif) -/- 15% (en absolu) 25 - 50% +/- 50% (en relatif) -/- 25% (en relatif) -/- 50% (en relatif) -/- 10% (en absolu) Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Référence intrajour Référence intrajour	
Tolérance interne sur le tr et le trr en intrajour : +/-1% (si trr < 0,6) ou +/-0,5% (si trr > 0,6) Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour : Plage d'abondance Tolérance CG Tolérance CL > 50% +/- 50% (en relatif) 25 - 50% +/- 50% (en relatif) +/- 25% (en relatif) < 25% +/- 50% (en relatif) +/- 10% (en absolu) Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Référence intrajour Référence intrajour	
Tolérances internes sur les abondances relatives en intrajour : Plage d'abondance Tolérance CG Tolérance CL > 50% +/- 50% (en relatif) +/- 15% (en absolu) 25 - 50% +/- 50% (en relatif) +/- 25% (en relatif) < 25% +/- 50% (en relatif) +/- 10% (en absolu) Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Référence intrajour Fichier : 21H08 21rcl03	
Plage d'abondance Tolérance CG Tolérance CL > 50% +/- 50% (en relatif) +/- 15% (en absolu) 25 - 50% +/- 50% (en relatif) +/- 25% (en relatif) < 25%	
> 50% +/- 50% (en relatif) +/- 15% (en absolu) 25 - 50% +/- 50% (en relatif) +/- 25% (en relatif) < 25% +/- 50% (en relatif) +/- 10% (en absolu) Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour R	
25 - 50% +/- 50% (en relatif) +/- 25% (en relatif) < 25% +/- 50% (en relatif) +/- 10% (en absolu) Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Référence intrajour Fichier : 21H08 21rcl03	
< 25% +/- 50% (en relatif) +/- 10% (en absolu) Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Référence intrajour Fichier : 21H08 21rcl03	
Rq : en CG, si l'ion a une abondance <10%, seule la présence de l'ion suffit. Echantillon Référence intrajour Référence intrajour Fichier : 21H08 21rcl03	
Fichier: 21H08 21rcl03	
	olérance hant
Tolérance basse Tolérance haute Tolèrance basse To	olérance bant
	OPPORTUNITION HARD
tr 14,300 min 14,220 min 14,149 min 14,291 min min	min
tr S1 17,090 min 16,990 min	
trr 0,837 0,837 0,833 0,841	
M1 100,0 % 100,0 %	
M2	
M3	
Les tolérances sont calculées par rapport à la référence	
Concordance des tr: Oui Non	d)
Concordance des trr : Oui Non	
Concordance globale des abondances relatives : Oui Non	
Paraphe et code opérateur : \8 €	
Partie à remplir par le responsable	
A confirmer : Oui Non	
Paraphe du responsable :	
Observations:	

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série (si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

LNDD		ENREG	SISTREMENT	Codification: Version: Date	E-FSR-01 G 22/03/2005	
	FICHE D'ANA	LYSE / RESUL	TAT DEPISTAGE	RAPIDE CG/SM,	CG/TSD ET CL	
Echantillor	1:	178/07 99547	4			
Produit sus	pecté:	Testosterone				
Folérance	interne sur le tr et le	trr en intrajour :	+/-1% (si trr < 0,6)	ou +/-0,5% (si trr	> 0,6)	
Tolérances	internes sur les abo	ndances relatives	en intrajour:			
_	e d'abondance	Tolérance CG		Tolérance CL		
> 509		+/- 50% (en rela	•	+/- 15% (en absolu		
25 - 3 < 259		+/- 50% (en rela +/- 50% (en rel		+/- 25% (en relati: +/- 10% (en absoli		
			le la présence de l'io		·····	ndrá rókus tribádal mendri fild artelem manyan _{dila} ngan yay yayay a me
	Echantillon		Référence intrajou	Référence interjour		
Fichier:	21H08		21rcl03			
		And the state of t	Tolerance basse	Tolérance haute	Tolérance basse	Tolérance haut
tr	15,200 min	15,100 min	15,025 min	15,176 min	min	min
tr SI	17,090 min	16,990 min				
trr	0,889	0,889	0,884	0,893		
M1	100,0 %	100,0 %	2 Berlin, Tiplicar in the comment of			
M2						
м3						
Les toléran	ces sont calculées p	ar rapport à la ré	férence			
Concordan	ce des tr :		Oui		Non	
Concordance des trr: Oui					Non	
Concordan	ce globale des abon	dances relatives	: Oui		Non	
Paraphe et	code opérateur :	186				
		Pa	rtie à remplir par le	responsable		
A confirme	er :		Oui		Non	
Paraphe du	responsable :	Q				
Observatio	ne ·	_				

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de la série (si pas de confirmation) ou dans le dossier de confirmation

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.3 Second analysis for confirmation of T/E ratio

LNDD CONFIDENTIEL **ENREGISTREMENT** (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006 1/3

SPECIMEN LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE ASSURANCE QUALITE

LNDD

Produits confirmés	Essai	lastructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'aqaiyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
Methylamphétamine	EC09F	I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
l'Amphétamine et de la			272 221 07	142-7111-57	OCIONARI (SCVIA)
Methylamphétamine					•
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C	M-EX-06	NG ANT OOD	600 1/60 12
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A	M-EX-08A	M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines		I-CONF-13B	M-EX-08A M-EX-08B	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C	M-EX-08A	M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA:	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Ephedrines	встэр	I-CONF-13D	WI-EX-USA	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)	EC09	I-CONF-09B	M-EX-02B	M-AN-10	COIO - 1 (COLAD
Betabloquants (*)par MBA		I-CONF-14A	M-EX-09		GC/Quad (SCAN)
Bétabloquants (*) par MBA	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17 M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
(sans hydrolyse)	20172	1-00111-14B	IVI-DX-07	WI-AIN-I/	GC/Quad (SCAN)
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56B	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
Ch. (+)	TOO !				
Stupéfiants (*)	EC09A		M-EX-02B	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine Etilefrine		I-CONF-09C	M-EX-02D	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
			M-EX-02B	M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphone	EC09D	I-CONF-09D	M-EX-02E	M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25	M-EX-18	M-AN-28	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-26	M-EX-19	M-AN-29	GC/Quad (SCAN)
Quali morphine	EC27A	I-CONF-27A	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
Quanti morphine		I-CONF-27B		M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27C	M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN)
			1		
Anabolisants (*) SPE	EC10A	I-CONF-10A	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Out (CC AND
Anabolisants (*) SPE à bas	EC10E		M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Quad (SCAN
seuil		- 00112-10E	111-127-0410	IAY-MIA-0\D	GC/Trappe (MS2)
Anabolisants (*) SPE	EC10B	I-CONF-10B	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quad (SCAN
(sans hydrolyse)				141-1714-11	OCYCHIO (SCAIN
Anabolisants (*) SPE	EC10F	I-CONF-10F	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS2
(sans hydrolyse) à bas seuil				142.714-0/15	Contrappe (19182)
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-19D	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN
Clenbuterol	EC18D	I-CONF-18D	M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Qual (SCAN

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006 2/3

SPECIMENLISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

					
Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone MI,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)
Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-II	GC/Quad (SCAN)
3'OH Stanozolol (Sl=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)
Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI
Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Quali 19Nor (Sl=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)
Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)
Quanti 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23C	1-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Quanti 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)
Semi Quanti T/E	EC24D	1-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)
β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI
Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22 A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI
Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ES1
Analyse C12/C13 des	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52	GC/MS (SCAN)
métabolites de la testosterone				M-AN-41	GC/C/IRMS
1,933,922,9	Fr. 12				
Terbutaline		I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Reproterol, Fenoterol	EC34	I-CONF-34	M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Salbutarnol	EC18B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)
Salbutamol en MS2	EC18E	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)
Quanti Salbutamol >500ng/mL	EC18G	I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)
EPO	ES07	I COME OF) (TSV 20 (App.	12 127 10	
HES	EC30	I-CONF-07 I-CONF-30	M-EX-28 / 28B	M-AN-43	Immunodétection
ži Libo	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS (SCAN)
Hormones peptidiques : LH - β-hCG	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	- Immimolluorescence quantitative - Immunochromatographi
					qualitative
Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCAN)
Diurétiques *	EC28A	I-CONF-28A	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Diurétiques *	EC28B	I-CONF-28B	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ES1
Thiazides	EC36A	I-CONF-36A	M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ESI
Amiloride		I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006 3/3

SPECIMENLISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45 *	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

^{* :} Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONF-correspondante

CONFIDENTIEL

Date de création	Motif	Date diffosion
A	Création du document.	29/09/2003
В	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
С	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confimation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et béta trenbolone par LCMS3	14/02/2005
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

1/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Documents cités: E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés. Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether	Hydrolyse	Extraction - évaporation
			- dérivation
<u> </u>	étapes en gris clair	étapes en trait épais	étapes en trait normal
Blanc urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

O érations	Matériel Tube à vis (13*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	Réactifs et produits
	Dispensette Rolling	Diethylether (S06)
	Centrifugeuse 4000tr/min Pipette Pasteur	O 1 DEC. 2005
	Poire de prélèvement	CONFIDENTIEL
	Bain à sec SPECIME	Azote
	Becher	ASSURANCE QUALITÉ LNDD
Prise d'essai = 2 mL	Tube échantillon Gilson (12.5* Pipette Biohit 1-5mL, cône	100)
Ajouter 50μL de SI	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	17aMethyltestosterone (SI3-) à 4mg/L

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version : **E**Date :01/12/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références

Pipette à poussée positive Cône eppendorf

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14 Vortex Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 à +4°C

(cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans !' aliquote échantillon à hydrolyser

Compte gouties

betaglucuronidase +4°C (b-glu) à

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Centrifuger 5 min

Centrifugeuse 4000tr/min

Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)

Gilson Cartouche SPE C18 Tube recueil Gilson (12.5* 100) CONFIDENTIEL

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL

Réactif H2 (cf M-P-03B)

Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A Vial plastique

SPECIMEN

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E Date: 01/12/2005 3/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	Contini
vérifié par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	fechini .
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	1 Olav

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
В	Création du document.	15/09/2003
С	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de 1-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote echantillon	01/12/2005



SPECIMEN

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

Version: A Date: 14/02/2005

1/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE: METHODE ANABO

Documents cités: I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XLA

Méthode: Anabo

Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : environ 23 min Type de cartouches utilisées : Bond Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs: Eau ultrapure

Voie A: Méthanol Voie B: Hexane

Ether # LE KIOZIOS

Voie C: Tert-butyla methyla oxyde (TBME) Voie D: Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) ASSURANCE QUALITÉ

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.
- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.
- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.
- Boucher et agiter manuellement.
- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01. Lancer l'extraction selon I-N-35.



4. Résumé de la méthnde d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 m L	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	g
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage Azote		3 min	
Rinçage cartouche Hexane		3 mL	6
Séchage	age Azote		
Elution	TBME	4 mL	4

LNDD	INSTRUCTION	Codification: I-EX-11 Version: A Date: 14/02/2005	
EX	TRACTION LIQUIDE/SOLIDE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	- Katagra
vėrifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	Rehuij
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	fort of
approuvė par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	1 / New

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

CONFIDENTIEL

SPECIMEN

Echantillon Blanc Donneur D	<u>. </u>
Date Appareil Température en °C Valeur affichée Paraphe	<u>. </u>
Date Appareil Température en °C Valeur affichée Paraphe 200403 pHmet n°: 1 29, 2 5, 22 Ac E 200700 Refract n° 2 2005 Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 230706 Heure de mise à l'ambiant : Luu 30 Prise d'essai PE: 2 mL Heure de la PE: Ku 20 Paraphe: NO Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en Echantillon 21/2	<u>. </u>
Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 330706 Heure de mise à l'ambiant : Llu 30 Prise d'essai PE: 2 mL Heure de la PE: Su Paraphe: 10 Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en Echantillon 31 Jo24 1/ Volume prélevé en µL Conc ref dans PE en 17 Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI: Achieltento Stacks (englée 50 4 5 6 1 2 3 4 5 C 1 4 7 6 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7 7	<u>. </u>
Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 930706 Heure de mise à l'ambiant : Luu 30 Prise d'essai PE: 2 mL Heure de la PE: Ku co Paraphe : No. Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en Echantillon Blanc 3 Jo24 1/	<u>. </u>
Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 930706 Heure de mise à l'ambiant : Iuu 30 Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : Ku Paraphe : 10 Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en L') Echantillon 1/2 Blanc 3 Jo24 1/2 Volume prélevé en pL Conc ref dans PE en 10 Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI : Nelhultento 57306 (engle 50 4 5 6 1 2 3 4 5 Cepitextostetre 117032 Joseph 4 5 6 1 2 3 4 5 U H2032 Joseph 4 5 6 1 2 3 6 U H2032 Joseph 4 5 6 1 2 3 6 U H2032 Joseph 4 5 6 1 2 3 6 U H2032 Joseph 4 6 8 7 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8 8	<u>. </u>
Date de mise à l'ambiant de l'échantillon 930706 Heure de mise à l'ambiant : Luu 30 Prise d'essai PE : 2 mL Heure de la PE : 15000 Paraphe : 100 Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en manifold paraphe : 17000	<u>. </u>
Prise d'essai PE: Donneur Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en municoment) Vol eau ajouté (en municoment) Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI: Achylteoto ST3046 (engire Conc sol ref Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI: Achylteoto ST3046 (engire SO H-032 Journe Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) SI: Achylteoto ST3046 (engire SO H-032 Journe Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) Conc ref dans PE en municoment Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) SI: Achylteoto ST3046 (engire SO H-032 Journe Volume prélevé en pl. Conc ref dans PE en municoment Substance (TP, REF, SI) SI: Achylteoto SI: Achy	<u>. </u>
Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol eau ajouté (en Echantillon 1/2 / / / / / / / / / / / / / / / / / /	
Echantillon Blanc 3) JO24 1/ Volume prélevé en µL Conc ref dans PE en (ref) Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI: Nethyltento ST3Cleb (englie 50 4 9, H2032 Ly H2032 Ly H2033 Docume 10 H2033 Ly H2033 Ly H2034 Ly Ly H2034 Ly H2034 Ly Ly Ly Ly Ly Ly Ly Ly Ly L	n mL)
Blanc 31 Jo24 1/ Volume prélevé en µL Conc ref dans PE en 1/	
Volume prélevé en µL Conc ref dans PE en No Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI: Nothy tento ST2066 (englée 50 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10	
Substance (TP, REF, SI) Code sol ref Conc sol ref 1 2 3 4 5 6 1 2 3 4 5 SI: Adhylteato ST3066 lengthe 50 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10	
Substance (TP, REF, SI) Code sol ret Conc sol ret SI: Nethyltesto Stack (englie 50 Epitextosterme H7032 Janue 4 H3032 Janue 4 U H3033 Johnse 6 U H3033 Johnse 6 U H3033 Johnse 7 U H3033 Johnse 7 U H3034 Janue 4 O H3034 Janue 4	
SI: Nethyltesto Sizab lengte 50 10	6
1 H2032 Joseph 5 30 4 100 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	+-
1 H2032 Joseph 5 30 30 4 100 100 100 100 100 100 100 100 100	+
1/ Hao33 longue 6 30 Go 1/ Hao33 longue 6 20 Go 1/ Hao33 longue 9 Go 1/ Hao33 longue 9 Go 1/ Hao33 longue 6 30 Go	+-
10034 logge 6 30 30 90	
Textosterne 410.034 logic 4 31 30	
1 Hoosy brance 6 30	
	┽┩
" Aloosy longue 147	
Opération Date Heure début Récupéré à Identification du matériel utilisé Paraph	he .
Operation State of the Colors Colors Ac	
Lavage Base 30 to 30 at 110	
Evaporation 9307-500 CC 50	
Incubation T(°C):	
Mise à pH 26706 J640S Code tampon : 7190706 - 07 NO. Hydrolyse Dlu enzyme : 920806	
1 mymory 12-7-76 16415 12415 12-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-	
Subject Diu NH40H: Pb gilson -> arguille	
Demostra Ing. Sold Ind Of Lan. Help: Todae Special Parters.	- 00 -
Chson R. 1001 Rev Obs Sec Estract - Se	8716.
Stockage	<u> </u>
Evaporation 240706 955 Jours Bain à sec nº: 12 Ne	
Dérivation 1 Bain à sec n°: J3	
24076 16430 Job 54 Micro ande	•
Dérivation Gode ou dlu du réactif 1 : 1 : 1 : 1 : 1 : 1 : 1 : 1 : 1 : 1	
Dérivation 2	
Bain à sec n°:	
Dlu réactif 2 :	
Evaporation Bain à sec nº:	
Reprise	
Stockage Lieu:	

dlu : date limite d'utilisation

TOPLEVEL PARAMETERS

```
Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Method Sections To Run:
  (X) Save Copy of Method With Data
  ( ) Pre-Run Cmd/Macro =
  (X) Data Acquisition
  (X) Data Analysis
  ( ) Post-Run Cmd/Macro =
Method Comments:
 Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection
en split
                          END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                          INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                          _____
                 GC
Sample Inlet:
Injection Source: GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled
6890 GC METHOD
OVEN
                                      Maximum temp: 325 'C
   Initial temp: 160 'C (On)
                                      Equilibration time: 0.50 min
   Initial time: 0.00 min
   Ramps:
     # Rate Final temp Final time
     1 4.00 255
2 30.00 300
                       0.00
                         2.75
     3 0.0(Off)
   Post temp: 0 'C
   Post time: 0.00 min
   Run time: 28.00 min
                                   BACK INLET ()
FRONT INLET (UNKNOWN)
   Mode: Split
   Initial temp: 280 'C (On)
Pressure: 175.0 kPa (On)
   Split ratio: 12.1:1
Split flow: 11.7 mL/min
Total flow: 15.2 mL/min
   Gas saver: Off
   Gas type: Helium
                                    COLUMN 2
COLUMN 1
                                                         Page:1
                       Mon Jul 24 17:17:53 2006
Method: MAN27.M
```

71

```
(not installed)
   Model Number: Agilent 19091Z-002
   HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
   Max temperature: 350 'C
   Nominal length: 25.0 m
   Nominal diameter: 200.00 um
   Nominal film thickness: 0.11 um
   Mode: constant pressure
   Pressure: 175.0 kPa
   Nominal initial flow: 1.0 mL/min
   Average velocity: 41 cm/sec
   Inlet: Front Inlet
   Outlet: MSD
   Outlet pressure: vacuum
FRONT DETECTOR (NO DET)
                                       BACK DETECTOR (NO DET)
SIGNAL 1
                                       SIGNAL 2
   Data rate: 20 Hz
                                          Data rate: 20 Hz
   Type: test plot
                                          Type: test plot
   Save Data: Off
                                          Save Data: Off
   Zero: 0.0 (Off)
                                          Zero: 0.0 (Off)
   Range: 0
                                          Range: 0
   Fast Peaks: Off
                                          Fast Peaks: Off
   Attenuation: 0
                                          Attenuation: 0
COLUMN COMP 1
                                       COLUMN COMP 2
   (No Detectors Installed)
                                          (No Detectors Installed)
THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
   Description: Interface
   Initial temp: 280 'C (On)
   Initial time: 0.00 min
      # Rate Final temp Final time
      1 0.0(Off)
                                       POST RUN
                                          Post Time: 0.00 min
TIME TABLE
   Time
             Specifier
                                           Parameter & Setpoint
                             7673 Injector
     Front Injector:
        Sample Washes
        Sample Pumps
                                     0
        Injection Volume
                                  2.0 microliters
        Syringe Size
                                  10.0 microliters
        PostInj Solvent A Washes
                                  3
        PostInj Solvent B Washes
                                    3
       Viscosity Delay
                                    0 seconds
       Plunger Speed
                                 Fast
       PreInjection Dwell
                                  0.00 minutes
        PostInjection Dwell
                                  0.00 minutes
     Back Injector:
No parameters specified
                               MS ACQUISITION PARAMETERS
```

Method: MAN27.M

Capillary Column

Mon Jul 24 17:17:53 2006

Page:2

```
, General Information
  -----
  Acquistion Mode : atune.u
  MS Information
  -- -----
  Solvent Delay : 2.50 min
  EM Absolute
EM Offset
                      : False
                      : 400
  Resulting EM Voltage : 1752.9
  [Sim Parameters]
  GROUP 1
 Resolution : Lo
                      : Low
                      : 301.3
  Ions/Dwell In Group ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                                50) ( 301.3, 50) ( 327.3,
                        (209.3,
                                                                50)
                        (341.3, 50) (417.3,
                                                 50) ( 431.3,
                                                                50)
                        (432.4, 50) (446.4,
                                                 50) ( 522.5,
                                                                50)
  [MSZones]
  MS Quad
                      : 150 C | maximum 200 C
                     : 230 C maximum 250 C
  MS Source
                           END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                         END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                         DATA ANALYSIS PARAMETERS
  Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
  Percent Report Settings
  ------
  Sort By: Signal
  Output Destination
     Screen: No
Printer: Yes
  Method: MAN27.M Mon Jul 24 17:17:53 2006
                                                          Page:3
```

USADA 0082

```
Integration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method: No
Signal Correlation Window: 0.020
Quantitative Report Settings
_____
Report Type: Summary
Output Destination
   Screen: Yes
   Printer: No
   File: No
Generate Report During Run Method: No
Ouantification T/E (3 points)
Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006
Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00
Compound Information
                                          (ISTD TR)
 1) 17méthyltestostérone
Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min.
Lvl ID Conc (ng/ml) Response
         100.000 5915926
                     4981326
2
          100.000
          100.000
                    5130998
   ISTD conc: 100.000 ng/ml
Curve Fit: Linear
______
 epitestosterone
Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min.
Lvl ID Conc (ng/ml) Response
           5.000 234336
1
          30.000 1211449
60.000 2929592
2
3
Curve Fit: Linear, forced through origin
Method: MAN27.M
                        Mon Jul 24 17:17:53 2006
                                                          Page:4
                                                       USADA 0083
```

File:

No

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\2407.S

Comment: Operator: 28

Data Path: D:\Msd20\jui106\2407\

Pre-Seq Cmd: Post-Seq Cmd:

5%

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch (X) Full Method (X) Inject Anyway () Reprocessing Only () Don't Inject

1 Sample 1 R0 MAN27 itms 2 Sample 2 TP1TE MAN27 tp te2 3 Sample 1 R1 MAN27 itms 4 Sample 3 BLUITE MAN27 blu te	Line Type	e Vial DataFile Method	Sample Name
5 Sample 4 17807474 MAN27 178/07 995474 te 6 Sample 1 R2 MAN27 itms 7 Sample 5 BLURITE MAN27 blute 8 Sample 6 REF1TE MAN27 blu t30 e5 9 Sample 7 REF2TE MAN27 blu t180 e30 10 Sample 8 REF3TE MAN27 blu t360 e60 11 Sample 9 CQ1TE MAN27 cq te 001	2 Sample 3 Sample 4 Sample 5 Sample 6 Sample 7 Sample 8 Sample 9 Sample 10 Sample 11 Sample	1 P1TE MAN27 1 P1 P1TE MAN27 1 P1	tp te2 itms blu te 178/07 995474 te itms blute blu t30 e5 blu t180 e30 blu t360 e60



DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No Printer: Yes File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality

DEMO.L

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No Printer: Yes File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes Printer: No File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M Mon Jul 24 17:15:54 2006

Page:1

```
Calibration Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006
Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00
Compound Information
-----
1) 17méthyltestostérone
                                       (ISTD TR)
Ret. Time 20.94 min., Extract & Integrate from 20.44 to 21.44 min.
Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
Tgt 301.30
                                      man27.e
Lvl ID Conc (ng/ml) Response
       100.000 5915926
1
2
         100.000
                    4981326
        100.000
                   5130998
Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/ml
Curve Fit: Linear
 2) epitestosterone
                                    ( )
Ret. Time 18.52 min., Extract & Integrate from 18.02 to 19.02 min.
Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
Tqt 432.40
                                      man27.e
Lvl ID Conc (ng/ml) Response
1 5.000 234336
2 30.000 1211449,
                    1211449
          60.000 2929592
Qualifier Peak Analysis ON
Curve Fit: Linear, forced through origin
_____
                                          ( )
 testosterone
Ret. Time 19.32 min., Extract & Integrate from 18.82 to 19.82 min.
Signal
          Rel Resp. Pct. Unc.(rel)
                                     Integration
Tqt 432.40
                                      man27.e
Lvl ID Conc (ng/ml) Response
          30.000 1557516 \cdot 180.000 7052377
1
2
         360.000
                    17023691
Qualifier Peak Analysis ON
Method: MAN27.M
                     Mon Jul 24 17:15:54 2006
                                                         Page: 2
```

USADA 0086

Quantification T/E (3 points)

Curve Fit: Linear, forced through origin

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

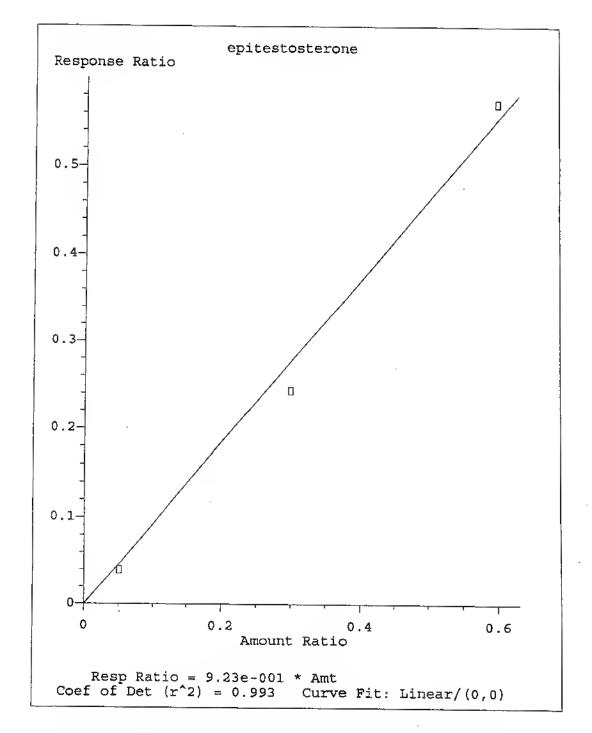
Mon Jul 24 17:15:54 2006

Method: MAN27.M

Mon Jul 24 17:15:54 2006

Page: 3

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 17:15:46 2006

File: D:\Msd20\juil06\2407\BLU1TE.D

Operator: 28

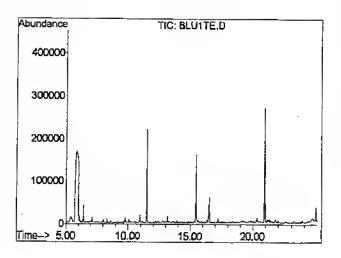
Date Acquired: 24 Jul 2006 12:57

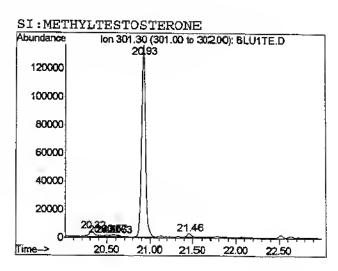
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blu te

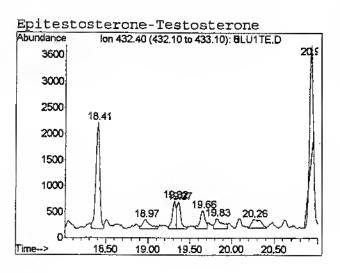
Misc Info:

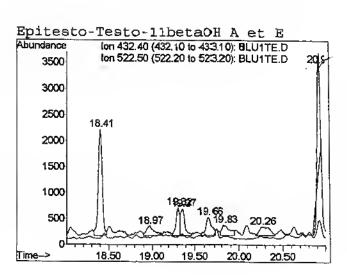
Vial Number : 3

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\juil06\2407\BLUR1TE.D

Operator: 28

Date Acquired: 24 Jul 2006 14:30

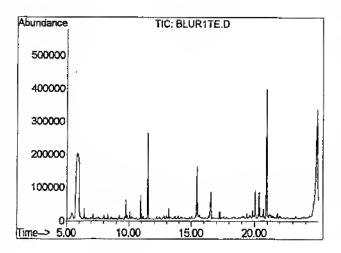
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blute

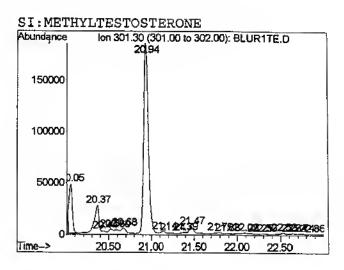
Misc Info:

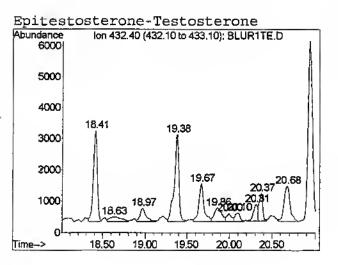
r=!

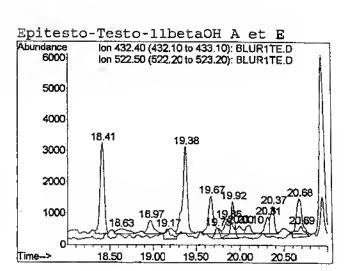
Vial Number : S

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









D:\MSD20\JUIL06\2407\17807474.D

Data File Path D:\MSD20\JUIL06\2407\

Data File Name 17807474.D

Operator 28

Date Acquired 7/24/2006 13:28

Acq. Method File MAN27 Sample Name 178/07 995474 te

Vial Number

Calibration Title Quantification T/E (3 points) Last Calibration Update Mon Jul 24 17:15:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Name	Target Response	Amount	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.98	301.3	17méthyltestostérone	6399496	100.00	ng/ml
2)		18.56	432.4	epitestosterone	307234	5.20	ng/ml
3)		19.36	432.4	testosterone	3513238	81.37	ng/ml

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.4	11.8

File: D:\Msd20\juil06\2407\17807474.D

Operator: 28

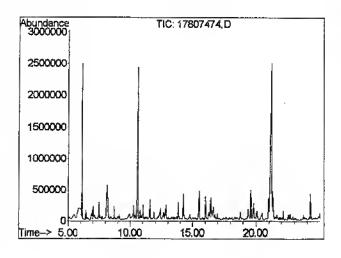
Date Acquired: 24 Jul 2006 13:28

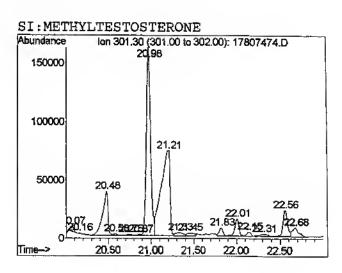
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

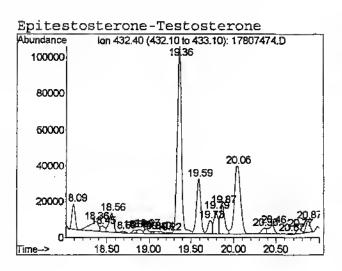
Sample Name: 178/07 995474 te

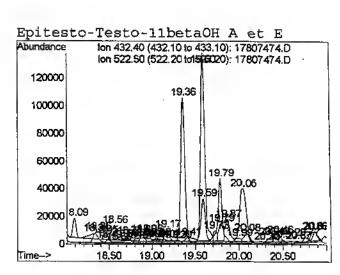
Misc Info: Vial Number :

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\juil06\2407\REF1TE.D 28

Operator:

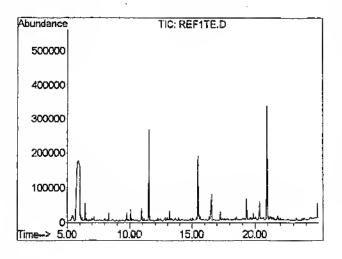
Date Acquired: 24 Jul 2006 15:01

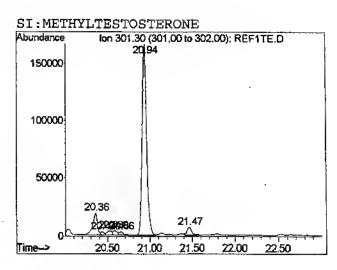
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blu t30 e5

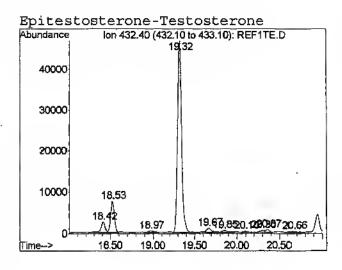
Misc Info:

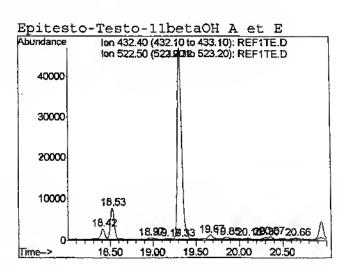
Vial Number : 6

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\juil06\2407\REF2TE.D

Operator: 28

Date Acquired: 24 Jul 2006 15:32

Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

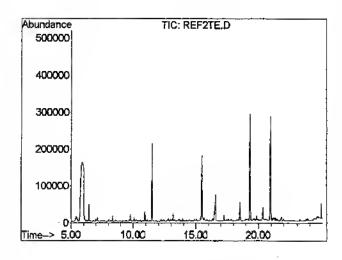
Sample Name: blu t180 e30

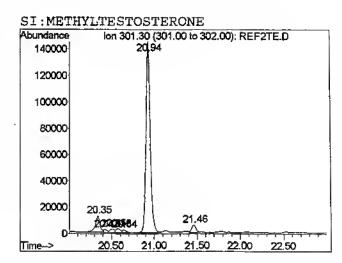
Misc Info:

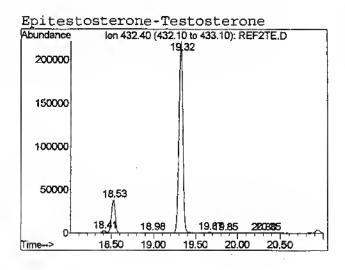
257

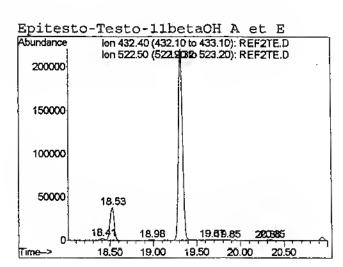
Vial Number : 7

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









File: D:\Msd20\juil06\2407\REF3TE.D

Operator: 28

Date Acquired: 24 Jul 2006 16:02

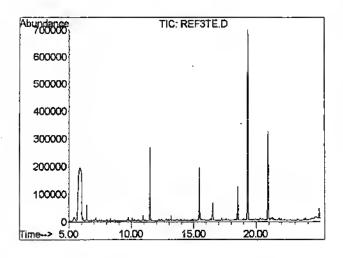
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

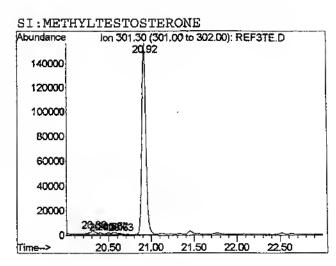
Sample Name: blu t360 e60

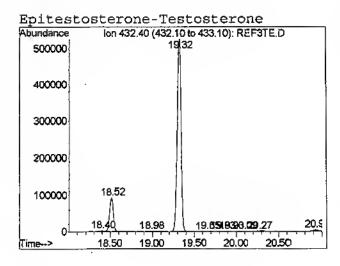
Misc Info:

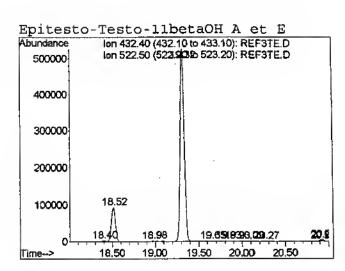
Vial Number : 8

Analyse quantitative:Testosterone/Epitestosterone









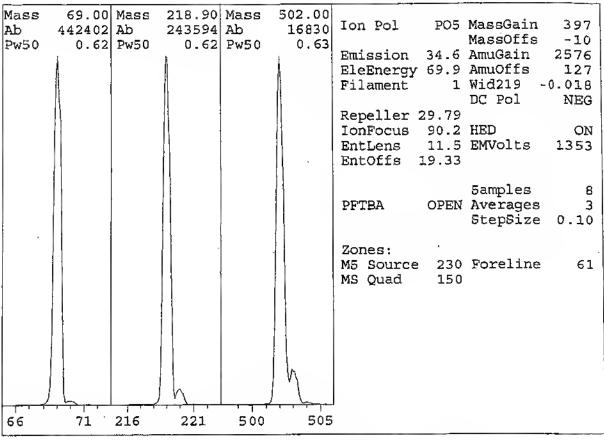
	LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-CC-11 Version: B Date: 08/03/2006 1/1
phi amin's -	· VERIFIC	CATION DES PERFORMANCES INSTI (screening et confirmation	
]			
1 .	Numér	ro d'identification de l'appareil : $NSD20$	• •
] -		Date : 940406	
Commontant of the control of the con	1 - Source d'i MSD Polaris Observations: 2 - Etanchéïté MSD / Polaris	Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3% Repeller < 35 Ion time > 2 ms	Oui Non Oui Non Oui Non
	Observations: 3 - Sensibilité Screening Conf		Oui Non
-	Observations:		

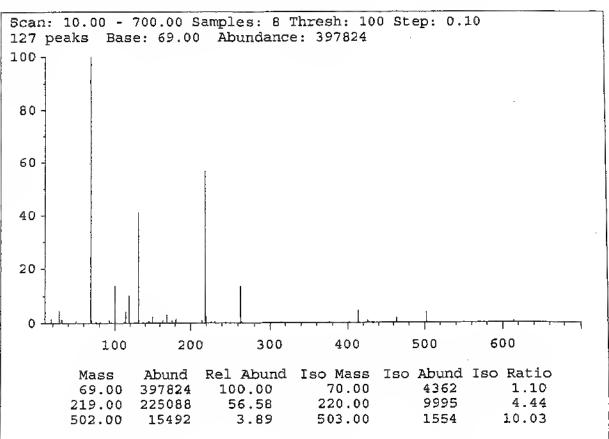
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Code opérateur et paraphe : Rec

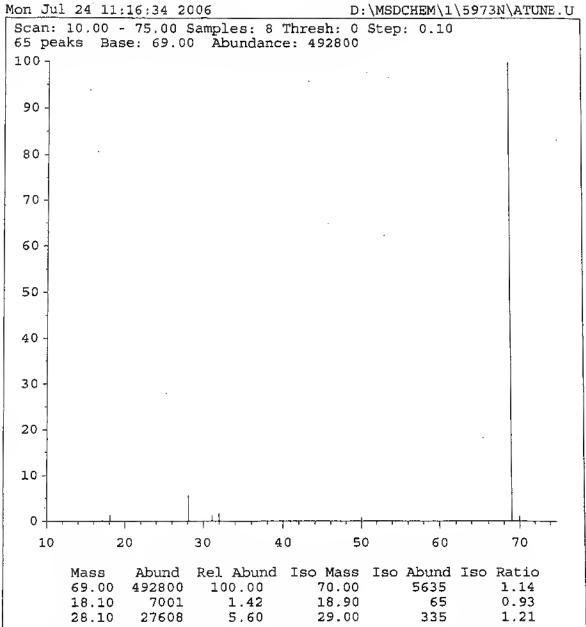
Instrument: MSD 20 Mon Jul 24 11:14:38 2006

D:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U





Instrument: MSD 20



Current Params used:
Rep = 29.8 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

18/69	***	1.42	Water%
28/69	==	5.60	Nitrogen%
32/69	==	1.69	0xygen%
44/69	==	0.13	Carbon Dioxide%
28/18	=	394.34	Nitrogen/Water%

File: D:\Msd20\juil06\2407\TP1TE.D

Operator: 28

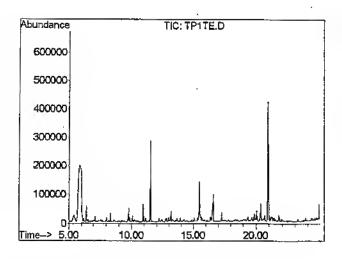
Date Acquired: 24 Jul 2006 11:55

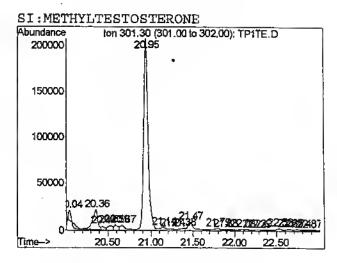
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: tp te2

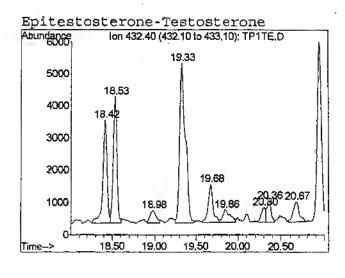
Misc Info:

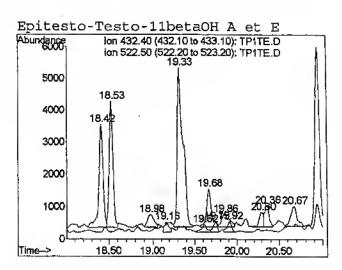
Vial Number : 2

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









page 1



LNI			REGISTREM			Code: Version: Date: Page:	E-FCR-04B E 29/05/2006 1/1
		FICHE D'ANALY	SE / RESULT	AT - CONFII	RMATION SEMI-QUA	ANTITATIVE	T/E
Paraph	ie: NC						
Echant	illon :	17	18/07 995474		Dilution :	1/ 1	
Ion de	quantificatio	on Testo et Epitesto	: 432	Ion de	quantification SI	301	
Concer	ntration de la	a référence 1 :	Testosterone:	•			T/E théorique :
Concer	ntration de la	a référence 2 :	Testostérone:	180			T/E théorique :
Concen	ntration de la	a réf ére nce 3 :	Testostérone:	360			T/E théorique :
F	ichier	Surface du SI	Surface Te	stosterone	Surface Epitestostero	ne	
REF1	REFITE	5915926	155	7516	234336		
REF2	REF2TE	4981326	705	2377	1211449		
REF3	REF3TE	5130998	1702	3691	2929592		
178	807474	6399496	3513	3238	307234		
DECIII	TATEL	ECHANTILLON		·	·		
CLD ()		Concentration ?		Concentrati	on Epitestostérone	Rapport T/E er	en efeca
Valeu	r obtenue	61,4	ng/mL	5,2	.	Kapport 1715 et	Surface
	ur finale	61,4	ng/mL	5,2	ng/mL	11,4	
	a muit	<u></u>	пВиг		ng/mL		
			Partie à r	emplir par	le responsable		
Seuil de	déclaration	du rapport T/E (er		pin pin	10 Tesponsable		
				30 ⁰ / ₂₀₀ 10	Epitestosterone : 30	7	ە ك
.11001 (111		basse du rapport T/					stosterone: 20)
		basse du rapport 1/. haute du rapport T/.	_	Résulta			
	valeur,	naute on rapport 1/	E: 14.0%		Inclassab	le:	
					Négatif:		
Correct	tion des con	centrations en Te	tosterone et E	pitestosterone	par la densité (cf doc	E-INC-03):	
	Densité	affichée			1.095		RAPHE
	Numéro	du réfractomètre			9		

Ecart n°:

Densité corrigée :

Facteur de correction

Concentration corrigée de Testosterone Concentration corrigée d'Epitestosterone

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

625 74

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

LNDD CONFIDENTIEL ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

1/3

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

ASSURANCE QUALITE

Produits confirmés	Essai	Instructions	Mod op extraction	Mod op analyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	1-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
		I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de	EC57	1-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
l'Amphétamine et de la					
Methylamphétamine					
Amines (*) primaires par CS2	EC11	I-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Amines (*) primaires par CS2	EC11B	I-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
Surveillance AMA: Cafeine		I-CONF-12C		M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A		M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines	EC13B	I-CONF-13B		M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C		M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA:	EC13D	1-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Ephedrines					
			25. 25. 2. 2. 1		the state of the s
Betabloquants (*)	EC09	1-CONF-09B		M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)par MBA	EC14A	I-CONF-14A		M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
Bëtabloquants (*) par MBA	EC14B	I-CONF-14B	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
(sans hydrolyse)					
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56E	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
			The May 1950 To Table	1 27641 4	
Stupéfiants (*)	EC09A			M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine		I-CONF-090		M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Etilefrine	EC09E	I-CONF-091		M-AN-34B	GC/Trappe (MS2)
Hydromorphooe	EC09D			M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
THC-M	EC25	I-CONF-25		M-AN-28_	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	1-CONF-26		M-AN-29	GC/Quad (SCAN
Quali morphine		1-CONF-27		M-AN-30A	GC/Quad (SCAN
Quanti morphine		I-CONF-27		M-AN-30B	GC/Quad (SIM)
Semi quanti Morphine : surveillance ministère	EC27C	I-CONF-27	C M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCAN
. Assemble 1	و المراجع المراجع المراجع	1 of my dead 2 or a	A WHEN A DEL	A 437 77	COIN MICHAEL
Anabolisants (*) SPE		I-CONF-10		M-AN-11	GC/Quad (SCAN
Anabolisants (*) SPE à bas seuil				M-AN-07B	GC/Trappe (MS2
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse)	EC10E			M-AN-11	GC/Quad (SCA)
Anabolisants (*) SPE (sans hydrolyse) à bas seuil	EC10E	I-CONF-10	M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS:
Anabolisants (*) Hexane	EC19	1-CONF-19	D M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCA)
Clenbuterol	EC18I	1-CONF-18	D M-EX-13B	M-AN-20C	GC/Trappe (MS:

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

	LNDD		ENREGISTR (LIST		Date: 09/06/2006		
	LISTE DES CONFIRMATIONS REALISE				ABORATOIRE	CONFIDENTIEL	
-	SPECIMEN						
- - -	Epimethendiol 17Epimethandienone 6betaOHmethandienone Methyltestosterone M1,M2	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	GC/Trappe (SCAN)	
; ا	Epioxandrolone, Oxandrolone, Turinabol-M	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)	
الم	3'OH Stanozolol (SI=25ng/mL)	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)	
1	Zeranol et Taleranol (α et β Zearalanol)	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI	
Ĺ	Quali 19Nor (SI=100ng/mL)	EC23A	1-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)	
ļ	Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B		M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)	
1		ECESE	1-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)	
	Stabilité 19Nor Quanti 19Nor (Sl=100ng/mL)	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)	
ì		EC23D	1-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)	
	Quanti 19Nor (SI=25ng/mL) Semi Quanti T/E	EC24D	I-CONF-24D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM)	
L	β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI	
_	Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI	
	Anabolisants * LCMS	EC22B		M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ESI	
I	Analyse C12/C13 des métabolites de la testosterone	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52 M-AN-41	GC/MS (SCAN) GC/C/IRMS	
	pyggggggggg						
	Terbutaline	EC18E	I-CONF-18A	M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)	
!	Reproterol, Fenoterol	EC34		M-EX-34	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)	
	Salbutamol	EC18E		M-EX-13A	M-AN-19	GC/Quad (SCAN)	
	Salbutamol en MS2	EC18I	I-CONF-18E	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2)	
	Quanti Salbutamol >500ng/mL		I-CONF-18G	M-EX-13A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)	
į				1. T. C.		Immunodétection	
	EPO	ES07		M-EX-28 / 28B	M-AN-43	GC/MS (SCAN)	
	HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	Ocimo (ocimi)	
	Hormones peptidiques: LH - β-hCG	BC00	i-conf-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08 - M-AN-53	or an hitelians	
			1. No. 1. 1855	2 2 200 24	24 431 40	COIN A TOO LAN	
	Triamterene	EC4		M-EX-40	M-AN-40		
	Diurétiques *	EC28			M-AN-33		
	Diurétiques *	EC28			M-AN-33		
	Thiazides	EC36			M-AN-33		
	Amiloride	EC33	A I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ESI	

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

3/3

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Tamoxifene-M,	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)
Clomiphène-M					
Glucocorticoïdes *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI
Glucocorticoïdes *	EC32B	I-CONF-32B	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS3 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONFcorrespondante

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

amy ore single in a

Date de création	Mntif	Date diffnsion
A	Creation du document.	29/09/2003
В	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004
C	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004
D	Ajout de la confirmation qualitative reproterol, fenoterol Ajout de la confirmation quali / semi quantitative de la morphine (surveillance ministère) Modification de certains modes opératoires d'analyses suite à la	14/02/2005
	suppression du saturn 2004 Ajout de la confirmation du Clomiphene-M et du Tamoxifène Ajout de la confirmation de l'alpha et béta trenbolone par LCMS3	The first of the second of the
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine	09/06/2006
	Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	

Evaporation à sec

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C Date :17/01/2006

1/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	APPLICABLE le
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	1 9 JAN. 2006
Transvaser le sumageant dans tube prélablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	CONFIDENTIEL
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	ASSURANCE QUALITÉ
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette SPECIME	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide a +4°C (cf M-P-05
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	βglucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le sumageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	

Bain à sec à 60°C

Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

2/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Opérations

<u>Matériel</u>

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml Pipette pasteur SPECIME Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acètonitrile

Pipettman de 1 ml Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex

Pyridine déssechée Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

CONFIDENTIEL

Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C ou

Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter I ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit

Acétonitrile Eau ultrapure

Vortex

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date:17/01/2006

3/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Traitement des fractions FSP

Opérations

Réactifs et produits

Ajouter le SI selon I-VOL-01

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 Androstanol acétate H67 200 ng/µl

μl selon le volume ajouté

Ajouter 200 µl d'acétonitrile

Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner

Acétonitrile

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

CONFIDENTIEL

Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C

Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane sclon I-VOL-01

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

Après analyse GC/MS:

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 0.2mg/ml

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C Date :17/01/2006

4/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA SET STERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	Margarath
vėrifiė par	Corinne BUISSON	16/01/2006	Pyroto .
vėrifiė par	Aurėlie LAURENT	17/01/2006	- The state of the
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	Olean

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de S1 et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
В	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFQ du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (EINFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -06

Version : C Date : 06/02/2006

1/3

PREMIÈRE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ

Application:

Irms0.spe

Durée d'extraction pour un tube:

13.30min

Tube utilisé:

Kimble 16x100mm

Type de cartouche utilisée:

Bond Elut C18 Varian S00mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

I. DISPOSITION DES SOLVANTS:

Voie 1 : Méthanol

Voie 2 : Eau ultrapure Voie 3 : Acêtonitrile

Voie 4 : Rien

Voie 5 : Rien

Voie 6: Rien

Voie 7: Rien

Voie 8: Rien

SPECIMEN

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

CONFIDENTIEL

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches.

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1

Echantillon 1

Blanc uriaire 2

Echantillon 2

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

INSTRUCTION

Codification: I-EX -06

Version: C

Date: 06/02/2006

2/3

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION:

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage		11	ninute	·
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -06

Version: C

Date: 06/02/2006

3/3

PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	Margaran
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	Buck 100
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	11/200
77			

EVOLUTIONS

No Version	Motif	Date	
1	Création du document.	30/04/2002	
Α	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002	
В	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004	
С	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006	

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -07

Version: D

Date: 06/02/2006

1/3

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application:

Irms1te.spe

Duréé d'extraction par tube :

16.30 min

Tube utilisé de recueil utilisé :

Kimble 13x100 mm

Type de cartouche utilisée :

Bond Elut C₁₈ Varian - 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ

1. DISPOSITION DES SOLVANTS:

Voie 1:

Méthanol

Voie 2:

Eau ultrapure

Voie 3:

Acétonitrile

Voie 4:

Rien

Voie 5:

Rien

Voie 6:

Rien

Voie 7:

Rien

Voie 8:

Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION:

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1

Blanc urinaire 1 tube 2

Blanc urinaire 1

Echantillon 1 tube I

Echantillon 1 tube 2

Echantillon I

Blanc urinaire 2 tube 1

Blanc urinaire 2 tube 2

Blanc urinaire 2

INSTRUCTION

Codification: I-EX -07

Version: D

Date: 06/02/2006

2/3

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Echantillon 2 tube 1 Echantillon 2 tube 2 Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min) 10	
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4		
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10	
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4	
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30	
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2	
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30	
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70 Poube		2	2	
Séchage	l n	ninute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2	
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20	
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20	

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -07

Version: D

Date: 06/02/2006

3/3

DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rėdigė par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	Margarat.
vėrifiė par	Corinne BUISSON	06/02/2006	Burne 1
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	11/100

EVOLUTIONS

Nº Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
В	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
С	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -08

Version: C

Date: 08/09/2005

1/3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Application:

irms2te.spe

Durée d'extraction pour un tube :

41,3 min

Tube utilisé:

Kimble 13x100 mm

Type de cartouche utilisée :

Baker C₁₈

Volume de la cartouche :

500 mg / 3 ml

APPLICABLE le

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

0 8 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1:

Méthanol

Voie 2:

H₂O (ultrapure)

Voie 3:

Acetonitrile

Voie 4:

7 . .

Voie 5:

17-:- C.

Voie 6:

Voie 7:

Rien Rien

Rien

Rien Rien

Voie 8:

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)

Lancer Textraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

INSTRUCTION

Codification: I-EX -08

Version: C

Date: 08/09/2005

2/3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire l	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urmaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
Espace Inte	

Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

- Etopo	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Etape Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
	H ₂ O	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne Chargement échantillon	Reprise CH ₂ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4/3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3/3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1/1	30
Préparation mélange 50 % Elution F l	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Ehtion F2	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4/0,8	30
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 3	4	2
Eation F3		Canule	2	30
Rinçage canule Lavage	H ₂ O MeOH	Poubelle	2	30

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX -08

Version: C

Date: 08/09/2005

3/3

TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Persoone coocernée	Date	Signature
rėdigė par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	Duguegh
vėrifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	Rest of
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	- This par
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	1

EVOLUTIONS

Nº Versioo	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
<u>.</u> A		02/10/2002
	Acceptation du projet passage en version A	
В	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre	08/09/2005
	pour homogeneisation	<u> </u>

CONFIDENTIEL

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

1/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Mode opérat	toire d'extraction:		M-EX-24		
Echantillon:	F0 18F1	995474] Se	exe: M	∀ F
Mise à l'ambi	iant de l'échantill	on: Date: يبل	Heure : 4	hor	
Prise d'essai	: Volume	:: 3.4 mL	Heure: liha	Paraph	е: Допо
	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
рН	30/50/46	pHmet n°: ‡	ما راداله	్ కృష్ణు	Day
Densité	a offol &u	Refract no: 4		5401	Mood
Blanc urinai	re Pool 4	Densité :	Prise d'essai :	ICmL Par	aphe:

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de déhut	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première	عمادهاشد	11/25		Rapid Trace: RTISC	AN
extraction	20160177		141/20		House
Stockage à		7		Lieu: CH-FR.1	
4°C					
Evaporation	12/07/06	ozhui	13/30	Bain à sec (BSE) : عنا	Down
Stockage à				Lieu: CH-FR.1	
4°C					
Hydrolyse	20/10/24	· 13h35		Code du tampon : 7060606 - 1)	Marg
	17/01/08	en e	14 h35	DLU* de la βGlu: 21/09/06 Etuve n°: 5	
Deuxième	20/10/25	14445		Rapid Trace: FTISC	Mars
extraction	20150122		16 430		
Stockage à				Lieu: CH-FR.1	
4°C					

^{*}DLU: date limite d'utilisation

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006 2/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	20160120	18430	17h20	Bain à sec (BSE): 521	Main
Stockage à				Lieu: CH-FR.1	_ 1
4°C					
Acétylation	22/07/06	14145		DLU* Anhydride acétique : 9\\\o\ DLU* Pyridine : \o\ &\oo\	41
	77/03/08		ishos	Bain à sec (BSE): Sub ou Température ambiante	Honey
Evaporation	20/50/22	19hos	19/35	Bain à sec (BSE): 51	Maur
Troisième	2019016	order		Rapid Trace: RTOLD	Mous
extraction	20/160		sode		- Charles
Stockage à				Lieu: CH-FR .1	
4°C	47				
Evaporation	23/07/06	9405	lohus	Bain à sec (BSE): $\eta \gamma$	House
Stockage à				Lieu: CH-FR .1	1
4°C					
Ajout S1,	23/07/06	OPHOL		Code du SI (0,2mg/mL): H67-	M
Mise en vial			10h45	003 F	Mars
Evaporation	201501816	lohus		Bain à sec (BSE): S J	Alan
	43/03/04		10/28		-100
Stockage à				Lieu: CH-FR ,1	
+4°C	•				

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	action F1 Fraction F2		Fraction F3
Volume SI (μl)	4	5	30	10
Volume hexane (µl)	100	100	400	400

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

3/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	23/03/06	22401			Marg
Injection	23103106	nhao		MSD بعد	M
CG/MS	20/10/64		F3: 141 1 F1: 13h44		_ Kara
Ajout du SI si nécessaire	est foleus	F1: 13h20 F2: 14h25		Code du SI (200ng/µL): H67-	Mary
Evaporation	201 50/61	(3:12h) (1:13h)	E3: 14 h30	Bain à sec (BSE) : 5.21	Ham
Stockage des				Lieu: CH-FR.1	1
vials à 4°C			2 No. 10 April 10 Apr		

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
infection	201fal64	14430	ishoo		Marg
Is tuoya Wasangawa	30/10/54	ıshoo	12 pro		Many
Hearane Hearane	actalsa	Ishio			Mara
				Ÿ	
				4	
	:			10	

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	10	55	10
Volume final hexane (µI)	50	VΦO	45

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

4/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	90/tol8#	F3: 12h2S F1: 13h30 F2:15h10		·	Mary
Injection GC/C/IRMS	13/07/06	F3: WHIS F1: 13h30 F4: 15h10		ISOPRIME 1	Alma

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date .	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
			· ·		
				"	

Ecarts nº:

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

2.4.1 GC/MS analysis

TOPLEVEL PARAMETERS

```
_lethod Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
ethod Sections To Run:
  ( ) Save Copy of Method With Data
                         Pre-Run Cmd/Macro =
_ ( ) MSTOP
  ( ) Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro =
  ( ) Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
  (X) Data Acquisition
_ (X) Data Analysis
                         Post-Run Cmd/Macro =
 ( ) MSTOP
( ) Instrument Control Post-Run Cmd/Macro = ( ) Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =
1ethod Comments:
  This is the default method
                               END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                                INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                                OVEN
                                             Maximum temp: 325 'C
   Initial temp: 70 'C (On)
Initial time: 1.00 min
                                             Equilibration time: 0.50 min
      # Rate Final temp Final time
1 30.00 270 12.00
2 10.00 300 3.00
    Ramps:
      3 0.0(Off)
    Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
Run time: 25.67 min
                                     BACK INLET (UNKNOWN)
 FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)
    Mode: Splitless
    Initial temp: 280 'C (On)
    Pressure: 145.0 kPa (On)
Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
Total flow: 25.4 mL/min
Gas saver: Off
Gas type: Helium
                                           COLUMN 2
  FOLUMN 1
                                               (not installed)
   Capillary Column
    Model Number: Agilent 19091s-433
Max temperature: 325 °C
Nominal length: 30.0 m
     Nominal diameter: 250.00 um
     Nominal film thickness: 0.25 um
     Mode: constant pressure
    Pressure: 145.0 kPa
     Nominal initial flow: 2.3 mL/min
     Average velocity: 56 cm/sec
     Inlet: Front Inlet
     Outlet: MSD
     Outlet pressure: vacuum
                                                                       Page: 1
                               Mon Jul 24 14:19:20 2006
  Method: MAN_52.M
```

```
BACK DETECTOR ()
. RONT DETECTOR ()
                                              SIGNAL 2
:IGNAL 1
                                                 Data rate: 20 Hz
Data rate: 20 Hz
Type: test plot
                                                 Type: test plot
                                                 Save Data: Off
Save Data: Off
                                                 Zero: 0.0 (Off)
  Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
                                                 Range: 0
  Fast Peaks: Off
Attenuation: 0
                                                Fast Peaks: Off
                                                 Attenuation: 0
                                              COLUMN COMP 2
COLUMN COMP 1
                                                 (No Detectors Installed)
  (No Detectors Installed)
THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
   Description:
  Initial temp: 300 'C (On)
Initial time: 0.00 min
      # Rate Final temp Final time
1 0.0(Off)
                                            POST RUN
                                                 Post Time: 0.00 min
IME TABLE
                                                  Parameter & Setpoint
               Specifier
    Time
                               7673 Injector
      Front Injector:
                                            0
       Sample Washes
         Sample Pumps
                                         1.0 microliters
         Injection Volume
                                       10.0 microliters
     Syringe Size

PostInj Solvent A Washes

PostInj Solvent B Washes

Viscosity Delay

Plunger Speed

PreInjection Dwell

PostInjection Dwell

PostInjection Dwell

10.0 microlit

3

Seconds

Fast

0.00 minutes
         Syringe Size
     Back Injector:
 o parameters specified
  Column 1 Inventory Number : ?
 Column 2 Inventory Number :
                                     MS ACQUISITION PARAMETERS
 General Information
 -----
                             : atune.u
: Scan
_Tune File
Acquistion Mode
 MS Information
|-----
                             ; 9,00 min
 Solvent Delay
                             : False
EM Absolute
                            ·: 0
  EM Offset
Resulting EM Voltage : 1811.8
[ | Scan Parameters]
                             : 50.0
Low Mass
                                                                              Page: 2
                                 Mon Jul 24 14:19:20 2006
' Method: MAN 52.M
```

```
: 550.0
: 150
igh Mass
hreshold
                                  A/D Samples 4
                     : 2
: 50.0
: 550.0
Sample # Plot 2 low mass
lot 2 high mass
[MSZones]
                        : 150 C maximum 200 C
S Quad
                        : 230 C maximum 250 C
S Source
                            END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                          END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                           DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Percent Report Settings
1 |-----
Gort By: Signal
Tutput Destination
   Screen: No
    Printer: Yes
            No
    File:
Integration Events: AutoIntegrate
 Generate Report During Run Method: No
 ignal Correlation Window: 0.020
' ualitative Report Settings
 [ ------
 Peak Location of Unknown: Apex
 Library to Search Minimum Quality C:\temp\IRMS.L 90
Integration Events: AutoIntegrate
 Report Type: Summary
 Dutput Destination
  Screen: No
Printer: Yes
    File:
             No
Senerate Report During Run Method: No
  Quantitative Report Settings
                   Mon Jul 24 14:19:20 2006
                                                                   Page: 3
Method: MAN_52.M
```

_aport Type: Summary putput Destination Screen: Yes Printer: No File: No enerate Report During Run Method: No alibration Last Updated: pference Window: 10.00 Percent on-Reference Window: 5.00 Percent Correlation Window: 0.02 minutes
Default Multiplier: 1.00
Efault Sample Concentration: 0.00 Compound Information *** Empty Quantitation Database *** END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS Mon Jul 24 14:19:20 2006

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 4

```
dditional Information for STER1FS.M
ile created Fri Mar 05 17:08:58 2004
```

ri Mar 05 17:08:58 2004

ethod : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M enamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FSKETO.M

tue Apr 20 14:52:43 2004

ethod : C:\MSDCHEM\1\METHODS\STER1FS.M denamed: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M ved Nov 09 18:43:55 2005

Method: MAN_52.M

Mon Jul 24 14:19:20 2006

Page: 5

```
Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2006\Jui106\2307.S
         Comment:
        Operator: 49
       Data Path: D:\MSD22\JUIL06\2307\
Top
                    Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
                   Pre-Seq Cmd:
 Data Analysis
Top
                   Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:
    Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
                                ( ) Don't Inject
     ( ) Reprocessing Only
                      Sample Name/Misc Info
   Line

    Calibration

                      2307MixAc01
      Datafile
                      MAN_52
      Method
                   2 blu1F3
                               MAN_52 Blu 1 F3
  2)
     Blank
⇒ 3) Sample
                   3
     Datafile
                      17807474F3
                      MAN_52
     Method
                   4 blulF1
                               MAN_52 Blu 1 F1
 4) Blank
5) Sample
                   5
                      17807474F1
      Datafile
                      MAN_52
      Method
                   6 blulF2
  6) Blank
                               MAN_52 Blu 1 F2
5 7) Sample
                      17807474F2
      Datafile
      Method
                      MAN 52
  8) Sample
                      17807474F2b
      Datafile
      Method
                      MAN_52
```

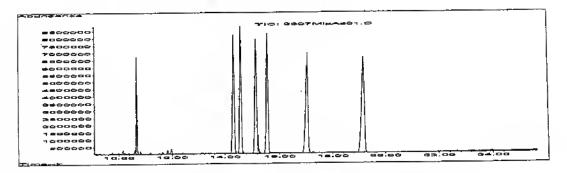
Séquence vérifiée	par :	9
Remarques:		min Maria
************************	- 73	- W

Last Modified: Sun Jul 23 10:17:10 2006

Page: 1

D:\Msd22\Juil06\2307\2307MixAc01.D

Data File Name 2307MixAc01.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 10:19
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 50
Vial Number 1
Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	10,892,705
Etiocholanolone AC	14.35	1.343	272	20,821,485
Androsterone AC	14.62	1.367	272	35, S 20,111
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1.419	256	20,304,691
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.57	1.456	316	28,264,859
	17.07	1.597	271	27,735,914
11 KetoEtiocholanolone AC	19.20	1.796	284	35,625,886
55 Pregnan 3a 20a diol diAC	19.20	1,790	207	

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,496,221	105.5
Etiocholenolone AC	257	13,275,551	63.8
Androsterone AC	257	15,144,189	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	18,349,659	90.4
	241	16,541,690	58.5
5a Androsten 3a 17b diol diAC	191	23,029,104	83.0
11 KetoEtiocholanolone AC		20.053.051	56.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	20,000,001	VO.0

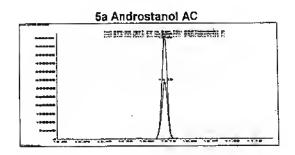
M3 signal

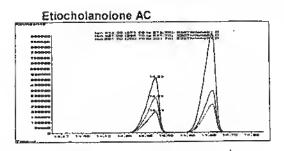
Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
204	6,139,162	56.4
201	7,984,811	38.3
218	10,868,162	30.6
241	15,646,481	77.1
	13,817,358	48.9
		59.9
		28.0
	201	204 6,139,162 201 7,984,811 218 10,868,162 241 15,646,481 256 13,817,358 286 16,604,214

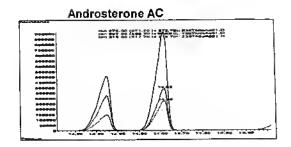
Page 1 of 2

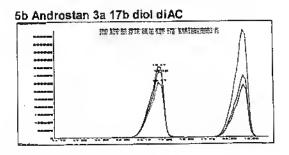
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

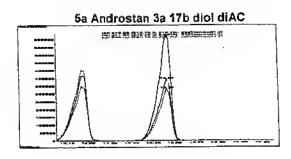
7/23/2006 11:33 AM

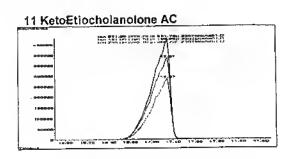


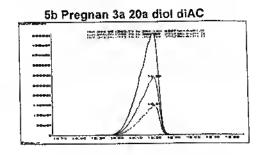












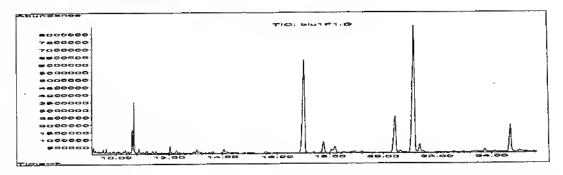
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 11:33 AM

D:\Msd22\Juil06\2307\biu1F1.D

Data File Name blu1F1.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 12:10
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F1
Vial Number 4
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,234,507
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	. 0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.04	1.596	271	23,056,534
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

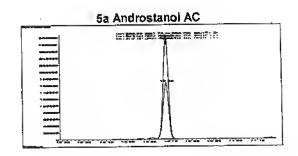
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,447,955	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	19,045,346	82.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	. 0	0.0

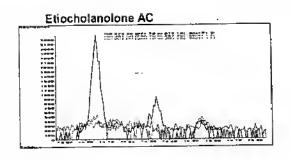
M3 signal

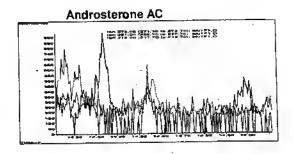
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,943,791	56.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,914,444	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

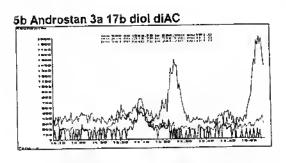
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

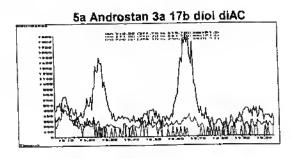
7/23/2006 12:55 PM

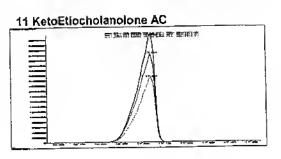


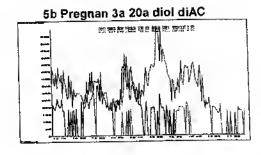












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 12:55 PM

D:\Msd22\Juli06\2307\17807474F1.D

Data File Name 17807474F1.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49

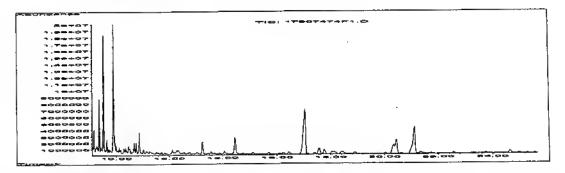
Date Acquired 7/23/2006 12:42

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F1

Vial Number 5

Misc Info 178/07 995474 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name.	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	2,672,512
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetaEtiocholanolone AC	17.05	1,596	271	27,520,882
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,977,015	111.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,323,512	81.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	. 0	0.0

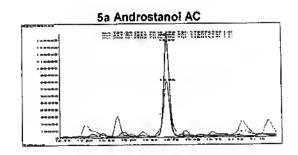
M3 signal

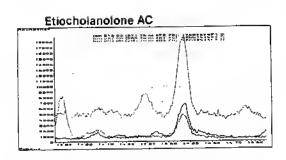
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,719,112	64.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
		16,694,242	60.7
		0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC 5b Pregnan 3a 20a diol diAC	286 344	16,694,242 0	

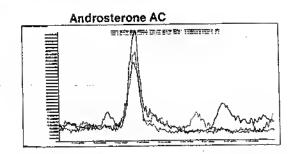
Page 1 of 2

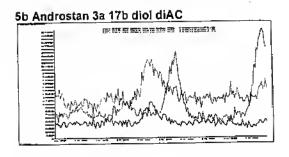
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

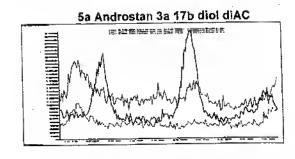
7/23/2006 1:14 PM

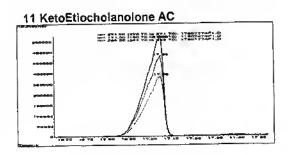


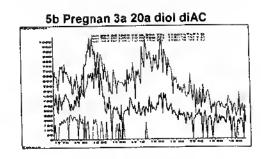












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 1:14 PM

D:\Msd22\Juil06\2307\blu1F2.D

Data File Name blu1F2.D

Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\

Operator 49

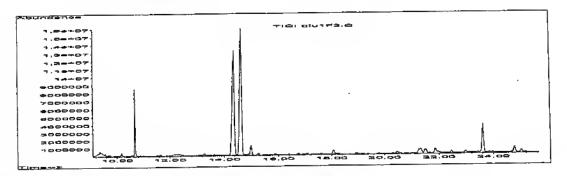
Date Acquired 7/23/2006 13:15

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F2

Vial Number 6

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Ref Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	14,356,335
Etiocholanolone AC	14.39	1.347	272	46,218,242
	14.66	1.373	272	92,159,652
Androsterone AC		0.000	256	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00		316	ņ
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000		0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0,000	271	Ü
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	00

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	14,913,181	103.9
Etiocholanolone AC	257	29,244,244	63.3
Androsterone AC	257	39,385,747	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
	269	ñ	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	203		Y-V

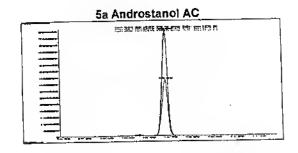
M3 signal

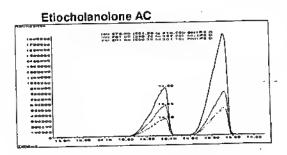
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	7,892,527	55.0
Etiocholanolone AC	201	16,995,418	36.8
Androsterone AC	218	26,814,361	29.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
	256	n	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	286	Ď	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	••	Ô	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344		

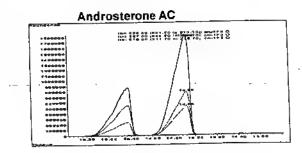
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

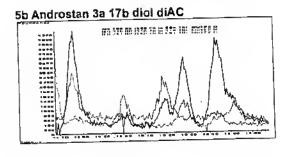
7/23/2006 2:23 PM

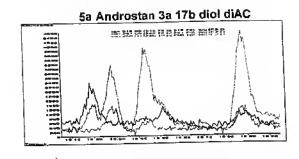
Page 1 of 2

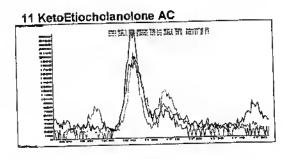


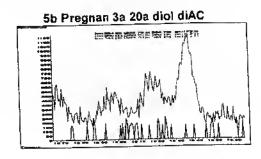












Page 2 of 2

C:\M5DCHEM\CU5TRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 2:**2**3 PM

D:\Msd22\Juii06\2307\17807474F2b.D

Data File Name 17807474F2b.D

Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\

Operator 49

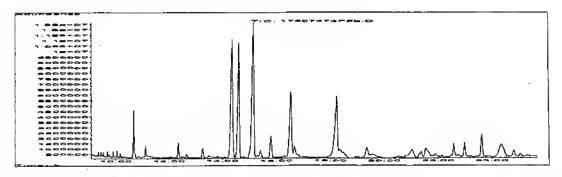
Date Acquired 7/23/2006 14:33

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	6,790,329
Etiocholanolone AC	14.38	1.345	272	30,616,404
Androsterone AC	14.65	1.370	272	44,803,237
5b Androstan 3a 17b dioi diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0 .
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	7,142,048	105.2
Etiocholanolone AC	257	19,396,055	63.4
Androsterone AC	257	19,255,218	43.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	. 0	0.0

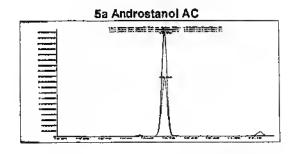
M3 signal

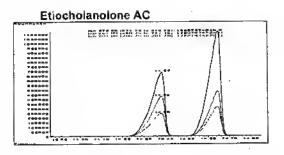
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,868,152	5 7.0
Etiocholanolone AC	201	11,568,610	37.8
Androsterone AC	218	13,516,338	30.2
5b Androstan 3a 17b dio! diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

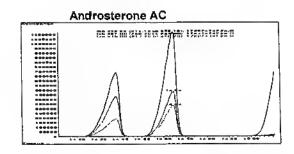
Page 1 of 2

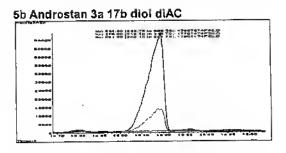
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MANS2.CRT

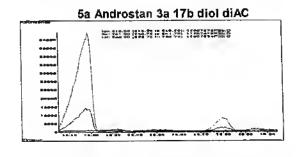
7/23/2006 3:01 PM

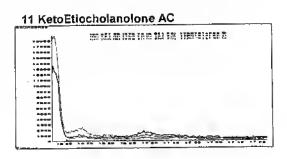


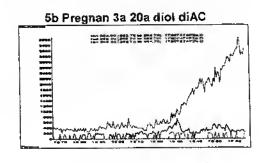












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

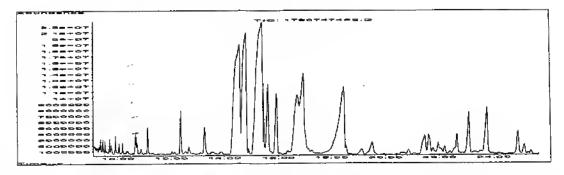
7/23/2006 3:01 PM

D:\Msd22\Juil06\2307\17807474F2.D

Data File Name 17807474F2.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 13:47
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name 178/07 995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 995474 Fraction 2 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	4,709,923
Etiocholanolone AC	14.56	1.365	272	169,848,822
Androsterone AC	14.84	1.388	272	213,976,918
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	.00

M2 signal

1.

Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
243	5,011,709	106.4
257	104,358,276	61.4
257	91,230,541	42.6
316	0 -	0.0
241	0	0.0
191	0	0.0
269	0	0.0
	243 257 257 316 241 191	243 5,011,709 257 104,356,276 257 91,230,541 316 0 241 0 191 0

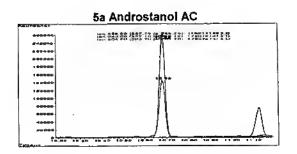
M3 signal

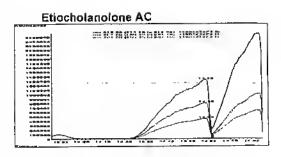
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,896,716	61.5
Etiocholanolone AC	201	59,514,197	35.0
Androsterone AC	218	61,028,102	28.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b.diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

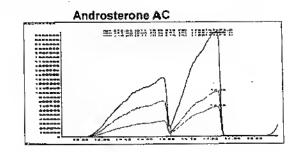
Page 1 of 2

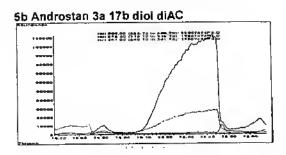
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

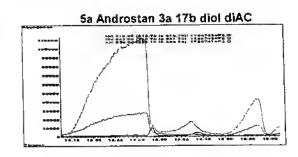
7/23/2006 2:22 PM

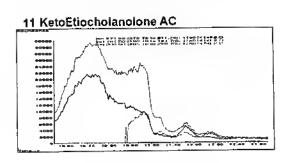


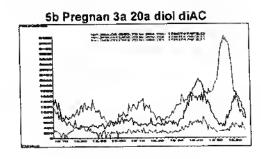












Page 2 of 2

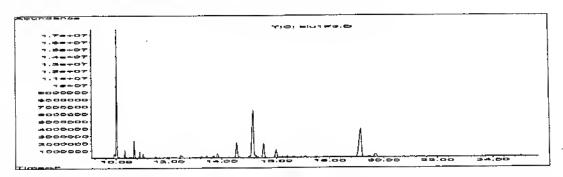
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 2:22 PM

D:\Msd22\Jull06\2307\blu1F3.D

Data File Name blu1F3.D
Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\
Operator 49
Date Acquired 7/23/2006 11:00
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F3
Vial Number 2

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	3,476,361
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.17	1,420	256	15,597,241
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1,452	316	5,215,670
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.14	1.792	284	16,549,438

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,650,999	105.0
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,170,551	90.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,187,095	61.1
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	9.365.521	56.6

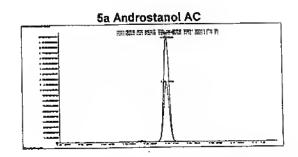
M3 signal

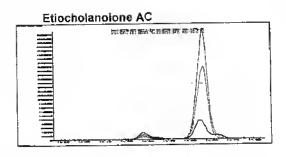
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstenol AC	204	1,954,169	56.2
Etiocholenolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,280,836	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,634,418	50.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,508,073	27.2

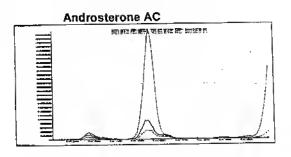
Page 1 of 2

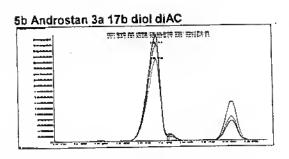
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

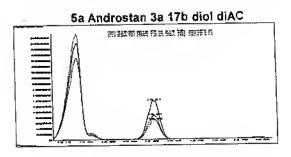
7/23/2006 11:30 AM

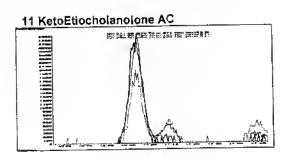


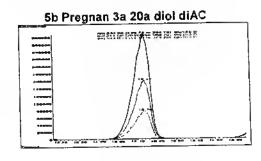












Page 2 of 2

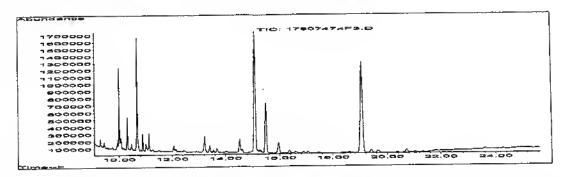
C:\M5DCHEM\CU5TRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 11:30 AM

D:\Msd22\Juii06\2307\17807474F3.D

Data File Name 17807474F3.D Data File Path D:\Msd22\Juil06\2307\ Operator 49 Date Acquired 7/23/2006 11:33 Acq. Method File MAN_52.M Sample Name 178/07 995474 F3

Vial Number 3 Misc Info 178/07 995474 Fraction 3 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	2,492,729
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1,415	256	3,658,105
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.48	1.450	316	1,968,201
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0,000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.06	1.786	284	4,951,688

M2 signal

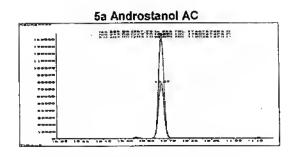
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,615,044	104.9
Etiochotanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	3,242,469	88.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,199,926	61.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	2.833.947	57.2

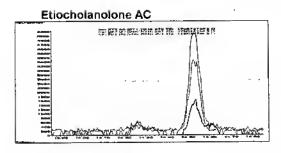
M3 signal

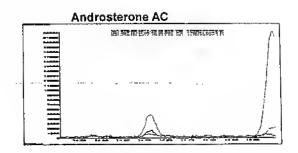
	00 -!!	Q2 Response	Q2 Ratio
Name Name	Q2 signal		
5a Androstanol AC	204	1,395,444	56.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,877,543	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	985,712	50.1
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	1,343,347	27.1

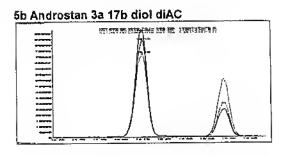
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

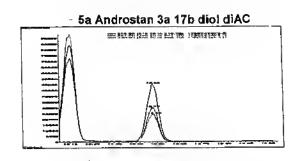
7/23/2006 12:00 PM

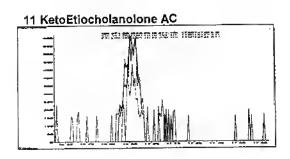


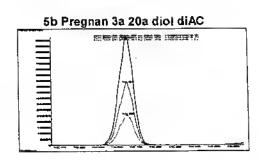












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

7/23/2006 12:00 PM

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

Numé	ro d'identification de l'ap	ppareil : الحديد عربا	
		Date: 13/07/06	
1 - Source d'	<u>ionisatioo</u>		Oui Non
MSD	Autotune: Ion 69 ou 2 Autotune: Abondance Repeller < 35		× Non
Polaris	Ion time > 2 ms		
Observations	•		
2 - Etanchéi	té do systéme		Oui Non
MSD	18/69 (H2O), 28/69 (44/69 (CO2) < 10%	(N2), 32/69 (O2),	A
Polaris		ion 19 < intensité ion I	8
Observations	::		
3 - Sensihili	<u>tě</u>		Oui Non
Screening	Recal / Mix conform	e	
Conf	TP conforme - Fichi	er: 2307 Nie Acol	α
-	TP conforme - Fichi		<u> </u>
	TP conforme - Fichi		
	TP conforme – Fichi	•	
	TP conforme - Fich	er:	
Observation	·s:		
,			

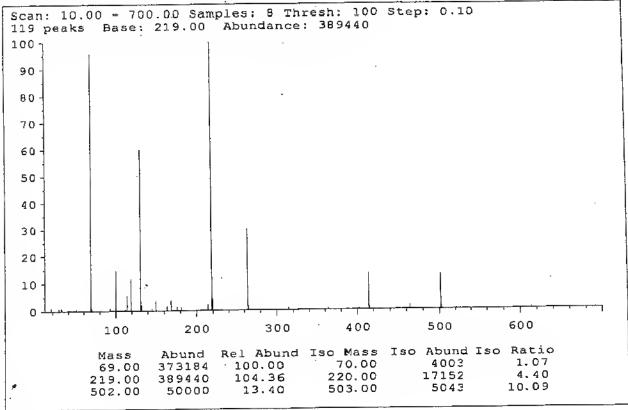
Code opérateur et paraphe : 49

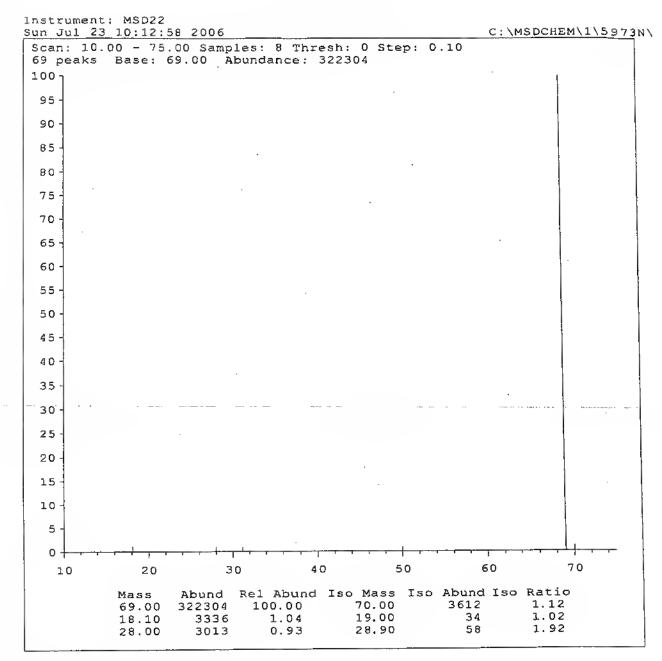
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

sun Jul 23 10:11:55 2006
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22

Mass	69.00	Mass	219.00	Mass	502.00	Ion Pol POS MassGain 267
Ab	421715	Ab	437153	Ab	54028 0.62	Ion Pol POS MassGain 267 MassOffs -10
Pw50	0.61	Pw50	0.61	Pw50	1 0.62	Emission 34.6 AmuGain 2179
ļ	1		A 1		A 1	ElEnrgy 69.9 AmuOffs 130
1	1		1) 1			Filament 2 Wid219 -0.037
			li l		11 1	DC Pol NEG
	11		-			Repeller 24.26
	Ц]]			IonFcus 90.2 HEDEnab ON EntLens 21.0 EMVolts 1812
	11		11		<u> </u>	EntOffs 17.57
						ENCOLIS 17.57
	[]					Samples 8
					11	PFTBA OPEN Averages 3
1			11			Stepsize 0.10
					11.	Zones: MS Source 230 Foreline 93
	11					MS Source 230 Foreline 93 MS Quad 150
	1		11		. 1	MS Quad 130
		[1)			
					11	
					11	
			11			
			11		1 1	
		1	11		1 1	
		1			11	
	11				110	•
]		11.		} V\	
	/ h_		/ <u>/</u> /	<u></u>	/	
66	71	216	221	500	505	5
6.0		210				





Current Params used: ATUNE.U

```
Relative abundances:

18/69 = 1.04 Water%

28/69 = 0.93 Nitrogen%

32/69 = 0.28 Oxygen%

44/69 = 0.17 Carbon Dioxide%

28/18 = 90.32 Nitrogen/Water%
```

Echantillon:		178/07 9	95474							
Tolérances fixées p	oar l'AMA (d	locument : V	WADA Tec	hnical Doc	ument - TE	2003IDCR)		,		
Tolérances sur le tr	et le trr : +/	-1% ou +/-	0,2 min (pr	endre la plu	is faible de	s deux)				
Pour les abondance		> 50% 25 <ab< 50<br="">< 25%</ab<>	il est a %	admis	+/- 10% (e +/- 20% (e +/- 5% (er	•	variation			
Calcul des abondar	ices en :	Т	abulation:			Surface:	X		Hauteur:	
Standard Interne:										
	М	lix	Fracti	on F1	Fract	ion F2	Fracti	on F3		
Tr (min)	1	.69	10.			.69	10.	67		
Fichier	2307M	ixAc01	17807	474F1	17807	474f2b	178074	474F3		
Substance carac			tiocholanol Mix			Fichier:	£	7807474F1		
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
Tolérance basse	17.07 16.90	1.597 1.581	100	73	59.9 49.9	17.05	1.596	100	81.1	60.7
Tolérance haute	17.24	1.613		93	47.7					
					69.9					
					69.9			-		
Concordance des T			= 4	oui	х	поп]		
Concordance des T	Ιπ ;	ances ralati	uas ·	oui oui	X X	non]		
Concordance des T	Ιπ ;	ances relati	ves :	oui	х	-]		
	īп ; ale des abond	···	ves :	oui oui oui	X X	non	1	7807474F2	ь	
Concordance des T Concordance gluba	īп ; ale des abond	···	cholanolone	oui oui oui	X X	non non				
Concordance des T Concordance gluba	Tr : ale des abond ctérisée :	Etio	cholanolons Mix	oui oui oui	X X	non non Fichier :		7807474F2 Echantillon M1 (%)		M3 (
Concordance des T Concordance gluba	īп ; ale des abond	···	cholanolone	oui oui oui	X X X	non non		Echantillon		M3 (
Concordance des T Concordance gluba	Tr : ale des abond ctérisée : Tr (min)	Etio σ Tr 1.343 1.330	Mix M1 (%)	oui oui oui *AC M2 (%) 63.8 53.8	X X X M3 (%) 42.6 34.08	non non Fichier : [Ţπ	Echantillon	M2 (%)	
Concordance des T Concordance globa Substance cara	Tr : ale des abond ctérisée : Tr (min) 14.35	Trr 1.343	Mix M1 (%)	oui oui oui AC M2 (%) 63.8	X X X M3 (%) 42.6	non non Fichier : [Ţπ	Echantillon	M2 (%)	
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse Tolérance haute	Tr (min) 14.35 14.21 14.49	Etio σ Tr 1.343 1.330	Mix M1 (%)	oui oui oui AC M2 (%) 63.8 53.8 73.8	X X X X M3 (%) 42.6 34.08 51.12	richier : [Tr (min) 14.38	Ţπ	Echantillon	M2 (%)	
Concordance des T Concordance globa Substance cara Tolérance basse	Tr (min) 14.35 14.49	Etio σ Tr 1.343 1.330	Mix M1 (%)	oui oui oui *AC M2 (%) 63.8 53.8	X X X M3 (%) 42.6 34.08	non non Fichier : [Ţπ	Echantillon	M2 (%)	

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification:

E-FCR-09

Version: Date:

31/01/2006

2/3

FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS

Substance caraci	térisée : [And	irostérone A	VC		Fichier:	17	807474F2b		
ı			Mix				E	chantillon	-	
	Tr (min)	Trr	Mi (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%
	14.62	1.367	100	42.6	30.6	14.65	1.370	100	43	30.2
Tolérance basse	14.47	1.353	100	34.08	24.48		<u> </u>			-
Tolérance haute	14.77	1.381		51.12	36.72					
Toterance name	1411	1.501				<u>.</u>		-		
Concordance des Ti	r:			oui	X	поп				
Concordance des Ti	m:			oui	X	non				
Concordance globa	le des abond	ances relati	ves:	oui	X	non [
Substance carac	térisée :	5b Andros	stane-3a,17b	diol diAC]	Fichier:	i	7807474F	3]
			Mix	· · · · · ·			I	chantillon		
	Tr (min)	Тп	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%
	15.17	1.419	100	90.4	. 77.1	15.1	1.415	100	88.6	78.7
Tolérance basse	15.02	1.405		80.4	67.1					
- Tolérance haute	15.32	1.433		100.4	87.1 -]				
						-		,		
Concordance des T	r:			oui	X	non	ļ <u>-</u> -	↓ .	•	
Concordance des T	π:			oui	X	non		4		
Concordance globa	le des abond	ances relat	ives :	oui	X	non				
Substance cara-	ctérisée :	5a Andro	stane-3a,17b	-diol diAC	}	Fichier:		17807474F	73	
			Mix					Echantillot	1	
	Tu (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Тпт	M1 (%)	M2 (%	M3 (
	Tr (min) 15,57	1.456	100	58.5	48.9	15.48	1.450	100	61	50.
Tolérance basse	15.41	1.441	100	48.5	39.12					
Tolérance haute	15.73	1.471		68.5	58.68					
101011111111111111111111111111111111111	·					_		 1		
Concordance des T	ſr:			oui	X	non		_		
Concordance des 7	Crr :			oui	X	non	<u> </u>	-		
Concordance globs	ale des abon	dances rela	tives:	oui	X_	non	<u></u>			
Substance cara	ctérisée :	5b Prég	mane-3a,20a	-diol diAC		Fichier:		17807474		
			Mix					Echantille		
	Tr (min)	Тπ	M1 (%) M2 (%			Тп	M1 (%		
	19.2	1.796	100	56.3	28	19.06	1.786	100	57.2	2'
Tolérance basse	19.01	1.778		46.3	22.4	4				
Tolérance haute	19.39	1.814		66.3	33.6					
						-		\neg		
Concordance des				oui	X	non	ļ			
Concordance des	Γ π :			out	X_	non		⊣		

oui

Concordance globale des abondances relatives :

non

USADA 0150

139

LNDÐ			ENRE	GISTREM	MENT	Codification : E-FCR-09 Version : A Date : 31/01/2006 3/3 GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS				
FICHE D'AN	NALYSE / RI	ESULTAT	Γ ANALYS	E QUALI	TATIVE	GC/MS PO	UR CONF	IRMATIO	N GC/C/II	RMS_
Substance carac	térisée :					Fichier:				İ
			Mix				······	Echantillon		
	Tr (min)	Тπ	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute			e se		<u> </u>					
Concordance des T	. .			oui		non		3		
Concordance des T				oui		non	<u> </u>	1		
Concordance globa		inces relati	ives :	oui		non		†		
Substance carac	ctérisée :]	Fichier:				1
								Echantillon	_	•
	Tu (min)	Тπ	Mix M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
	Tr (min)	111	100	1912 (70)	1013 (76)	11 (mm)	,,,,,	100	8412 (70)	1413 (
Tolérance basse							· ·	<u>, 1</u>	·	•
Tolérance haute	1771			· · · · · ·						
Concordance des T	'n.			oui		non		7		
Concordance des T				oui		non	-	1		
Concordance globa		ances relat	ives:	oui		non				
		,								
Paraphe et code op	érateur :		49 1	lang]					
Partie à remplir par	le responsab	le :				· ·				
Caractérisation for	melle de tous	les analyt	es:	oui	X	non				
Paraphe et code op	érateur :		10	CB						
Observations:									•	
	Cet enregisi	irement es	t à archiver	dans le do	ossier de co	onfirmation	de l'échanti	illon		

SECTION 2 TECHNICAL PART

2.4 Confirmation analysis by GC/C/IRMS

2.4.2 Isotopic ratio analysis

LNDD

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN -41

Version: B

Date :28/10/2005

1/2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

COLONNE

Type:

Longueur: Diamètre interne:

Epaisseur du film:

DB17-MS JW Scien 122.4732

30m

0.25 mm0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

INJECTION

Mode:

Température injecteur: Volume injecté:

Solvants de rinçage ALS:

Splitless (insert splitless)

280°C 1μ1-4μ1

Solvant A: Acétonitrile

Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

2 8 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale:

Gradient de température:

70°C pendant 1 min 70->271°C à 30°C/min 271°C->281°C à 0.6°C/min

281°C pendant 3 min 281->300°C à 5°C/min

Température finale: Temps d'analyse: Pression constante:

300°C pendant 5 min

45 min

Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à cau:

Ligne de transfert: Four à combustion: -100°C 350°C 850°C

CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:

Programmation de l'acquisition:

ions 44, 45 et 46

Temps d'acquiqition total:2580s

à 100s RG open

à 130s RG close à 160s RG opeo

à 190s RG close

à 220s RG open

à 250s RG close

à 750s HS close à 2000s HS open

à 2400s RG open

à 2430's RG close

à 2460s RG open à 2490s RG close

à 2510s RG open

à 2540s RG close

Batch Data Processing Results

: 230706

T ta File Name

```
Autorun Setup File Name : 230706
  3lank Subtraction : Disabled
  Background Subtraction : Disabled
  Reference Gas : Enabled
 Ref Gas Delta (C13) : -34.50
Ref Gas Delta (O18) : -19.30
Current Time : 21:23:49
Current Date : 23/07/06
      Sample Details Elemental Isotopic
  No. Name
                                    Weight Ref % Comp Delta
(mg) Type (C) (C13) (O18)
Sample Details
 -¬No. Name
                                   Weight Ref Atom % Atom % XS (mg) Type (Cl3) (Cl3)
  1 stabilite 1
                                     0.000 Sam
 2 stabilite 2
                                   0.000 Sam
0.000 Sam
   3 stabilite 3
  4 Mix cal IRMS 003-1
                                     0.000 Sam 1.07659 -0.0346
0.000 Sam 1.07582 -0.0354
0.000 Sam 1.07651 -0.0347
  5 Mix cal IRMS 003-2
  6 Mix cal IRMS 003-3
  7 Mix cal Acetate 001A-100ng inj
                                                  0.000 Sam 1.08310 -
  8 Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul
                                                0.000 Sam 1.07733 -0.
  9 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul
                                                0.000 Sam 1.07699 -0
0.000 Sam 1.07809 -0.
0.000 Sam 1.07B12 -0
0.000 Sam 1.07960 -0
  10 Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul
11 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul
12 Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul
  13 178/07 995474 F2/400ul ini lul
                                                   0.000 Sam 1.07095 -
Sam -25.21
  14 Mix Cal Acetate 001A-2
                                           0.000 Sam
     Séquence vérifiée par : ....49.....
     Remarques: .....
```

24.00 23,00 22.00 21,00 --- 11 kétoétiocholanolone AC 20,00 19.00 18.8 TIC: blu1F1.D 16.00 15.00 - 5a Androstanol AC (SI) : 23 Jul 2006 12:1)
: MSD22
: Blu 1 F1
: Blanc urinaire 1 E 11,00 File Operator : Acquired : Instrument : Sample Name: Misc Info : Vial Number: 10.00 7000000 Abundance 4000000 3500000 3000000 4500000 1000000 8000000 7500000 6500000 6000000 5500000 5000000 1500000 2500000 2000000 500000

using AcqMethod MAN_52.M

:D:\Msd22\Juil06\2307\blulf1.D

dans 100µL

Fraction

Pool

```
Data File Name
                 : DATA 010
Folder
                : 230706
 Sample Name
                : Blu 1 pool 4 F1/50ul inj 1ul
Sample ID
"Sample Position : 5
Injection Size : 0.0000
.Sample Type
               : Sam
 Method
                 : M-AN-41
[Batch Name
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 13:11:34 Date : 23/07/06
Current Time : 13:56:19 Date : 23/07/06
             Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
             Major
                          Ratio 2/1
                                     Ratio 3/1
  122.6
           8.633E-8
                          1.1780E-2
                                      4.2529E-3
  182.6
            8.640E-8
                         1.1780E-2
                                     4.2531E-3
  242.7
            8.674E-8
                         1.1780E-2
                                     4.2530E-3
 2423.5
           8.603E-8
                         1.1779E-2
                                     4.2523E~3
2483.5
            8.553E-8
                          1.1779E-2
                                     4.2524E-3
 2533.5
            8.673E-8
                          1.1780E-2
                                     4.2528E-3
Std Dev Of Fit
                         1.5656E-7
                                          1.9660E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO<sub>2</sub>
  Time Height
                 Area
                            2/1
                                       3/1
                                               dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  867.0 3.68E-9 1.5842E-8 1.1815E-2 4.1787E-3 -30.80 ~58.95
                                                                -36.42
1473.5 3.27E-9 3.4193E-8 1.1885E-2 4.1658E-3 -24.55 -59.30
                                                                -39.40
                                                                        18
1763.2 1.29E-9 1.4952E-8 1.1865E-2 4.1785E-3 -26.44
                                                      -58.27
                                                               -36.43
                                                                        17
 1826.6 3.77E-9 4.6201E-8 1.1879E-2 4.1729E-3 -25.16 -57.89
                                                                -37.73
                                                                        16
```

DF Optime GC 1.67-2 - Manual DP File Edit Calculate <u>View</u> Report **Parameters** Help Status Data Filename: DATA_010 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 13:11:34 Comment: Blu 1 pool 4 F1/58ul inj 1ul: Parameters Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₃ 8.00E@ 5.00E-9-4.00E-9-_{o.} -30.80 φ-25.16 -24.55 2.00E.94 26.44 Major 0.00E+0-1200 Secs 200 400 60Q 800 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400

24.08 23.00 22.00 21,00 -- 11 kétoétiocholanolone AC using AcqMethod MAN_52.M TIC: 17807474F1.D 18.00 F1 Fraction 1 dans 100µL :D:\Msd22\JuilO6\2307\l7807474Fl.D : 49 : 23 Jul 2006 12:42 using AcgN : MSD22 : 178/07 995474 Fl : 178/07 995474 Fl 14.00 --- Sa Androstanol AC (St) 13.00 12.00 11.00 Sample Name: Misc Info : Vial Number: 1000000 MINING CHIM 10.00 Operator Acquired Instrument 4000000 1.9e+07 1.8e+07 1.7e+07 1.5e+07 9000000 1.4e+07 1.3e+07 1.2e+07 1.1e+07 6000000 1.6e+07 1e+07 8000000 7000000 3000000 2000000 5000000

```
Data File Name
                : DATA 011
Folder
                : 230706
Sample Name
                : 178/07 995474 F1/50ul inj lul
Sample ID
Sample Position : 6
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
 Method
                 : M-AN-41
| Batch Name
Batch Name : RunTime User : micromass
Acquisition Time : 13:56:22 Date : 23/07/06
Current Time : 12:23:08 Date : 24/07/06
              Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
              Major
                           Ratio 2/1
                                       Ratio 3/1
  122.6
            8.557E-8
                          1.1780E-2
                                       4.2530E-3
  182.6
            8.541E-8
                          1.1779E-2
                                       4.2529E-3
  242.7
            8.559E-8
                          1.1779E-2
                                       4.2528E-3
                                       4.2528E-3
4.2526E-3
  2423.5
             8.570E-8
                          1.1780E-2
2483.5
             8.477E-8
                           1.1779E-2
  2533.5
             8.552E-8
                           1.1779E-2
                                       4.2525E-3
 Std Dev Of Fit
                          4.6711E-7
                                            1.1648E-7
    Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
```

,_C02									
T	ime	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk	d018
8 8 12 14 17	67.0 81.6 36.3 78.2 64.6	4.02E-9 2.01E-9 1.47E-9 4.55E-9 1.56E-9	2.3358E-8 1.9104E-8 1.4752E-8 5.1339E-8 1.7786E-8	1.1786E-2 1.1807E-2 1.1783E-2 1.1868E-2 1.1890E-2 1.1872E-2	4.1997E-3 4.2233E-3 4.2016E-3 4.1691E-3 4.1715E-3	-33.40 -31.64 -33.95 -26.35 -24.10 -25.78 -25.15	-54.92 -54.82 -53.09 -51.64	-35.72 -31.57 -26.11 -31.14 -38.62 -38.06 -38.77	5 6 6 9 10 10
				·	-	 -	· -	- -	

마 Optima GC 1.67-2 - Manual DP File Edit <u>View</u> Calculate Report Parameters Status Help Data Filename: DATA_011 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 13:56:22 Comment: 178/07 995474 F1/50ul inj 1ul: Parameters 1 4 1 Automatic DP Params ■ Data Processing Main Graph Cursor Lines Graph Window 1.00E-8-8.008-9-1 6.00E@ 8 E 4.00E 9 ⊕-24.10 _ல -31.64 _{∲*}25.15 -33.95 2.00E-9-25.78 _₼ -26.35

> 2502 1500

1400

1500

1800

2000

2200

2400

0.00E+0

200

400

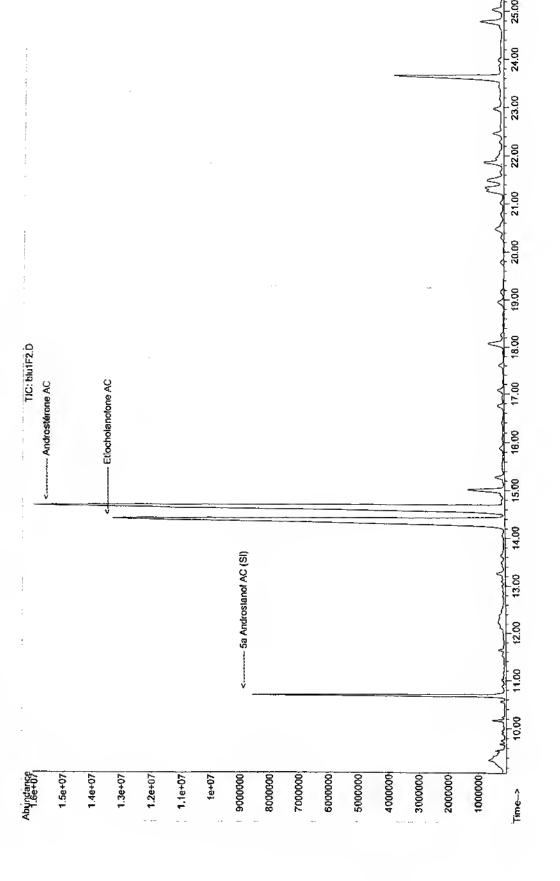
600

008

1000

Мајог

using AcqMethod MAN_52.M dans 400µL N 4 Fraction :D:\Msd22\Juil06\2307\blulF2.D Pool 13:15 49 23 Jul 2006 13:15 MSD22 Blu 1 F2 Blanc urinaire 1 F 6 Sample Name: Misc Info : Vial Number: Operator Acquired Instrument File



```
Data File Name : DATA_012
Folder
         : 2307<del>0</del>6
 Sample Name
               : Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1ul
Sample ID
 Sample Position : 7
 Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
 Method
                  : M-AN-41
Batch Name
 Batch Name :
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 14:41:06 Date : 23/07/06
Current Time : 16:02:44 Date : 23/07/06
              Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1
122.5 8.634E-8 1.1779E-2 4.2525E-3
182.6 8.646E-8 1.1779E-2 4.2529E-3
242.6 8.648E-8 1.1779E-2 4.2529E-3
2423.4 8.572E-8 1.1779E-2 4.2526E-3
2483.4 8.565E-8 1.1778E-2 4.2526E-3
2533.5 8.561E-8 1.1779E-2 4.2529E-3
  242.6
 2423.4
_ 2483.4
 2533.5
Std Dev Of Fit
                     2.0409E-7
                                             1.7605E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
_CO2
Time Height
                  Area
                             2/1
                                        3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
868.0 2.74E-9 1.4334E-8 1.1823E-2 4.1667E-3 -29.94 -65.47 -39.17
1231.7 4.52E-9 3.4691E-8 1.1876E-2 4.1668E-3 -25.34 -63.44 1257.2 5.33E-9 4.1709E-8 1.1880E-2 4.1670E-3 -24.98 -63.15
                                                                   -39.15
                                                                              21
                                                                    -39.11
```

Optima GC 1.67-2 - Manuat DP View Calculate Report Parameters File Edit Status <u>H</u>elp Data Filename: DATA_012 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 14:41:06 Comment: Blu 1 pool 4 F2/500ul inj 1 ul: **Parameters** Automatic DP Params ■ Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₇ 8.005.9-6.00E.9-_⊕-24.98 25.34 4.00E-9-⊕-29.94 2.00€.9-Major 0.00E+04 1000 200 400 600 1200 Secs 800 1400 1500 1800 2000 2200 2400

25.00 24,00 23,00 TIC: 17807474F2b.D 18.00 - Etiocholanolone AC Androstérone AC 17,00 16.00 15,00 14.00 - 5a Androstanol AC (SI) 12.00 10.00 2000000 Abundance 1.1e+07 1e+07 9000000 6000000 5000000 3000000 2000000 8000000 4000000 1.2e+07 Time-->

í.

using AcqMethod MAN_52.M

:D:\Msd22\JuilO6\2307\17807474F2b.D : 49 : 23 Jul 2006 14:33 using AcqMe : MSD22 : 178/07 995474 F2 : 178/07 995474 Fraction 2 dans 400₁

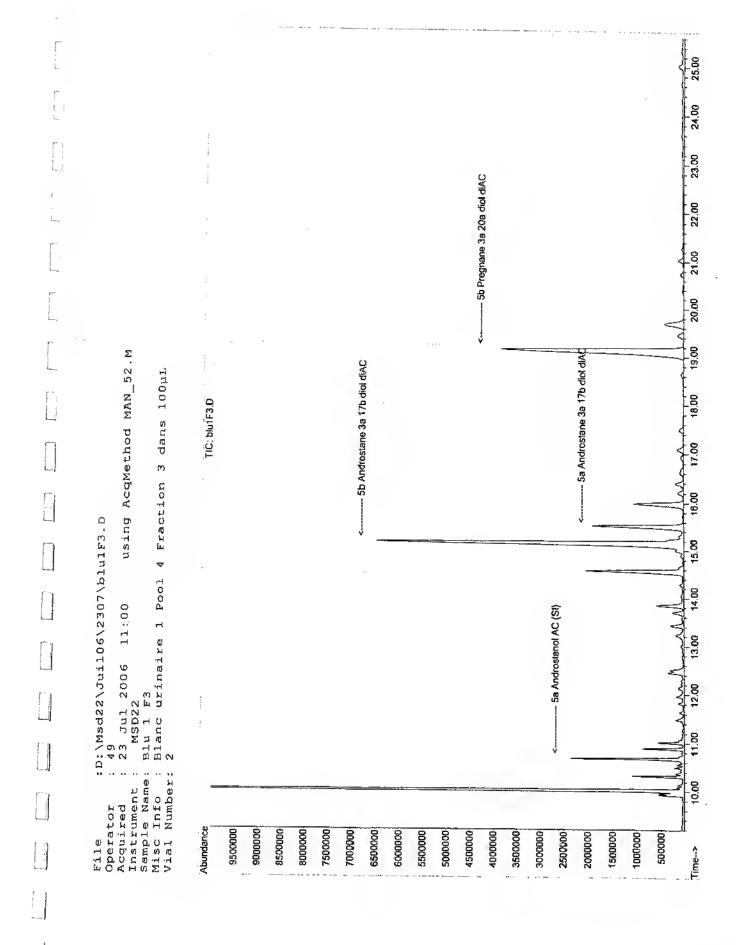
dans 400µL

Sample Name: Misc Info : Vial Number:

File Operator Acquired Instrument

```
Data File Name
               : DATA 013
⊸.Folder
               : 230706
 Sample Name
               : 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul
Sample ID
 Sample Position : 8
 Injection Size : 0.0000
Sample Type
             : Sam
 Method
               : M-AN-41
ീ8atch Name
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 15:25:49 Date : 23/07/06
_.Current Time : 16:10:31 Date : 23/07/06
            Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
            Major
  Time
                        Ratio 2/1
                                   Ratio 3/1
  122.6
          8.603E-8
                        1.1780E-2
                                    4.2535E-3
  182.6
           8.588E-8
                        1.1779E-2
                                   4.2537E-3
  242.6
           8.578E-8
                    1.1779E-2
                                   4.2536E-3
2423.5
                    1.1779E-2
           8.471E-8
                                   4.2525E-3
 2483.5
           8.452E-8
                        1.1778E-2
                                   4.2521E-3
 2533.5
           8.511E-8
                        1.1777E-2
                                   4.2522E-3
 Std Dev Of Fit
                       4.5694E-7
                                       1.4227E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
 CO2
 Time Height
                Area
                          2/1
                                    3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
 ______
  866.0 2.17E-9 9.6593E-9 1.1822E-2 4.1703E-3 -30.07 -63.69
                                                           ~38.44
 1229.7 3.95E-9 3.1256E-8 1.1863E-2 4.1661E-3 -26.43 -60.89
                                                           -39.38
                                                                   18
 1254.3 3.39E-9 2.5932E-8 1.1849E-2 4.1704E-3 -27.71 -60.19
                                                           -38.39
                                                                   18
 1288.3 3.55E-9 2.9815E-8 1.1797E-2 4.1768E-3 -32.28 -59.25
                                                           -36.88
                                                                   17
```

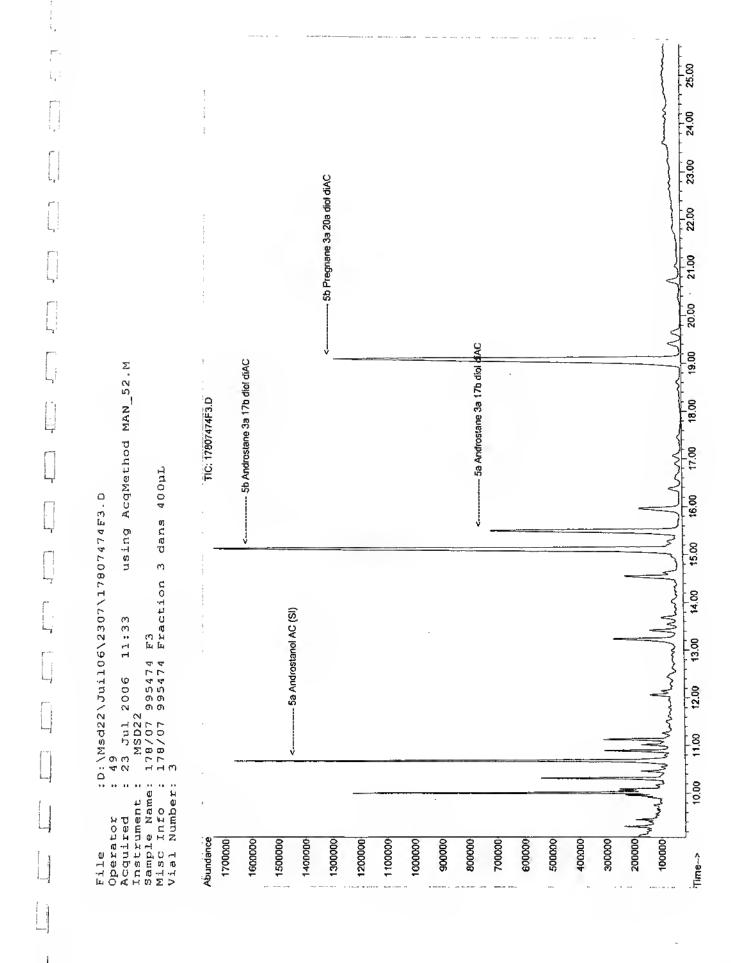
DE Optima GC 1.67-2 - Manual DP Calculate Report Parameters Status Edit View File Help Data Filename: DATA_013 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 15:25:49 Comment: 178/07 995474 F2/400ul inj 1ul Parameters: Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₃ 8.00E@ 6.00E-94 4.00E-9-1 -26.43 _{SP}232728 _ை-30.07 2.00E.9-Major 0.00E+04 200 400 600 800 1000 1200 Secs 1400 1600 1800 2000 2200 2400



```
Data File Name
                : DATA 008
~Folder
                 : 2307<del>0</del>6
 Sample Name
                : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul
Sample ID
 Sample Position : 3
 Injection Size : 0.0000
Sample Type
                : Sam
 Method
                 : M-AN-41
|Batch Name
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 11:40:11 Date : 23/07/06
Current Time
              : 12:28:05 Date : 23/07/06
              Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
              Major
                          Ratio 2/1
                                        Ratio 3/1
  122.6
            8.660E~8
                          1.1780E-2
                                        4.2525E~3
  182.6
            8.668E~8
                          1.1781E-2
                                        4.2527E-3
  242.6
            8.673E-8
                          1.1781E-2
                                        4.2531E~3
 2423.5
            8.560E~8
                          1.1783E-2
                                        4.2534E-3
 2483.5
            8.558E-8
                          1.1782E-2
                                        4.2529E-3
 2533.5
            8.621E-8
                         1.1782E-2
                                        4.2533E-3
Std Dev Of Fit
                         5.9183E-7
                                           2.6505E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
```

and i									
IJ.	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk	d018
	1306.2 1336.6 1375.6	2.00E-8 6.17E-9 2.49E-9 7.10E-9 2.32E-9 1.42E-9 3.59E-9	3.4892E-8 2.1148E-8 6.5412E-8 1.8245E-8 1.2239E-8	1.1616E-2 1.1822E-2 1.1848E-2 1.1854E-2 1.1845E-2 1.1852E-2 1.1864E-2	4.4640E-3 4.2211E-3 4.1951E-3 4.1696E-3 4.1806E-3 4.1854E-3 4.1692E-3	-50.60 -30.66 -28.25 -27.54 -28.40 -27.78 -26.65	-61.70 -62.20 -63.83 -63.93 -63.99 -64.02 -63.59	29.47 -26.65 -32.67 -38.55 -36.03 -34.91 -38.67	9 11 18 19 19 19
F 24 - 1									

UP Optima GC 1.67-2 Calculate Report Parameters Status File Edit View Help Data Filename : DATA_008 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 11:40:11 Comment : Blu 1 pool 4 F3/45ul inj 2ul : Parameters Automatic DP Params Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 4.00E-8-8.008.94 -27.54 _© -30,66 6.00E.94 8 4.00E.p.j -26,65 2B-25.40 2.00E.9¹ -27.78 lintajor 0.00E+0 1000 200 400 600 800 1200 Secs 1400 1500 1800 2000 2200 2400



```
Data Processing Results
 Data File Name
                 : DATA 009
FFolder
                 : 230706
Sample Name
                 : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul
 Sample ID
                 :
 Sample Position : 4
Injection Size : 0.0000
Sample Type
               : Sam
 Method
                : M-AN-41
Batch Name
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 12:24:59 Date : 23/07/06
Current Time : 16:08:12 Date : 23/07/06
               Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
  Time
              Major
                                       Ratio 3/1
                           Ratio 2/1
                                     4.2529E-3
4.2530E-3
4.2527E-3
             8.494E-8
  122.6
                           1.1782E-2
  182.6
             8.494E-8
                           1.1782E-2
             B.494E-8
  242.6
                           1.1781E-2
 2423.5
            8.443E-8
                          1.1780E-2
                                       4.2518E-3
 2483.5
            8.453E-8
                          1.1779E-2
                                        4.2517E-3
 2533.5
            8.566E-8
                          1.1779E-2
                                        4.2520E-3
 Std Dev Of Fit
                         5.6232E-7
                                            1.7469E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
C02
  Time Height Area
                                       3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  795.1 5.07E-9 2.5669E-8 1.1880E-2 4.2100E-3 -25.45 -55.46 -29.16
  827.1 2.21E-9 1.0385E-8 1.1883E-2 4.2270E-3 -25.34 -55.50
                                                                   -25.22
  867.4 6.75E-9 3.0380E-8 1.1826E-2 4.1857E-3 -30.05 -55.38
                                                                            7
                                                                   ~34.74
 1304.7 5.53E-9 4.6362E-8 1.1838E-2 4.1673E-3 -28.82 -53.62 1337.2 2.59E-9 2.1591E-8 1.1800E-2 4.1700E-3 -32.12 -53.42
                                                                   -38.95
                                                                            11
```

1652.0 3.25E-9 3.7635E-8 1.1862E-2 4.1682E-3

-26.61 -51.12

-38,31

-38.72

12

12

Optima GC 1.67-2 - Manual DP Edit View Calculate Report Parameters <u>F</u>ile Status Hetp Data Filename: DATA_009 Folder : 230706 Date : 23/07/06 Time : 12:24:59 Comment : 178/07 995474 F3/45ul inj 2ul : Parameters : Automatic DP Params ■ Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E-9--30.05 6.00E-9o-28.82 25.45 4.00E.9--26.61 -32.12 25.34 2.00E-9-Major 0.00E+02 200 400 600 800 1000 1200 1400 1600 1800 2000 2200 2400 Secs

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification E-CC-10
Version C

Date:::09/05/2006

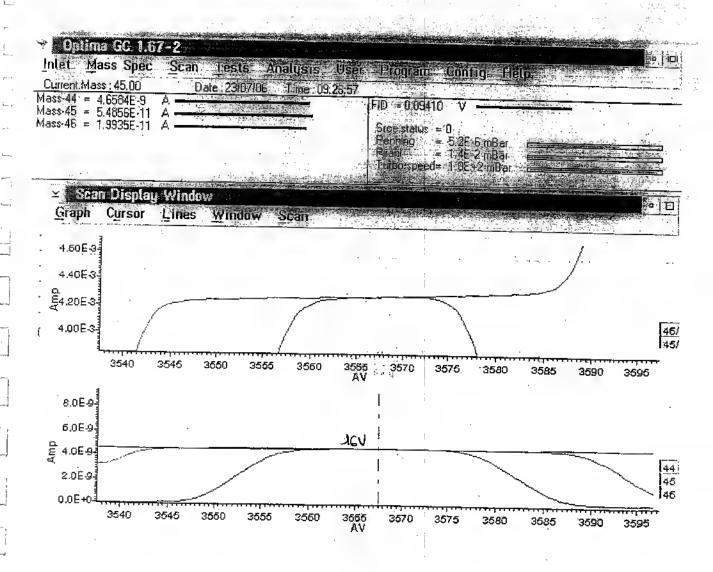
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION GG/C/TRMS

т.	Strom Ama of 12 of an area		्राच्या स्थापना । स्थापना । स्थापना । स्थापना । स्थापना स्थापना । स	*************
		catioo de l'appareil	The second secon	4
I	nstruction de con	firmation : I.	CONF.3	* 870 18700 (870)
1. Tone				
Spécification : pl	ateau du peack Ce	entre > 10 V		
Tune conforme	,		ر د <u>ر در دها مرسم کو</u> می	
Tano contornie,	σι	it or no	ın	
2. Stabilité de l'in	<u>istrument</u>			
	art mesuré entre va	deur maximale et val	eur minimale du	ratio 2/1 ≤ 0.5 ‰
Spécification: éca	e: ou			ratio 2/1 ≤ 0.5 %c
Spécification: éca Stabilité conform 3. Précision de l'i	e: ou	i K no		ratio 2/1 ≤ 0.5 %c
Spécification: éca Stabilité conform 3. Précision de l'i Code de la solution	e: ou nstrument on Mix Cal IRMS	no		ratio 2/1 ≤ 0.5 %c
Spécification: éca Stabilité conform 3. Précision de l'i	e: ou nstrument on Mix Cal IRMS	no		ratio 2/1 ≤ 0.5 %c
Spécification: éca Stabilité conform 3. Précision de l'i Code de la solution	e: ou nstrument on Mix Cal IRMS	no	n 7	
Spécification: éca Stabilité conform 3. Précision de l'i Code de la solution Valeurs obtenues Moyenne	e: ou nstrument on Mix Cal IRMS (%e) pour 3 inj	ections:	Dodecane	ratio 2/1 ≤ 0.5 ‰
Spécification: éca Stabilité conform 3. Précision de l'il Code de la solution Valeurs obtenues	e: ou nstrument on Mix Cal IRMS (%e) pour 3 inj	ections:	n 7	

LNDD	ENRE	GISTREMENT	Codification Version C Date: 09/05/	
VERIFICATIO	N DES PERFOR	MANCES INSTRUM CG/C/IRMS	ENTALES EN C	2/2 ONFIRMATION
V ₁ • V				
. Calibration de l'instr	************************************			
ode de la solution Mix		00.3		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
aleurs obtenues (‰);				
	5a Androstanol AC		10	
5.1		Etiocholanolone AC 5	b Androstanediol diAC	11 Ketoetiocholanolone
Data oat	- 30,59	= <u>19</u> , A I	-33,40	-16,69
Data 14	- 30,56	-10/17	5 (24) 414 (4)	5 July 275
tervalle de valeurs acc			-33,90	216,46
Valeurs théoriques	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC 51	Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone
Valeurs théoriques	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC 51	Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone
Valeurs theoriques	5a Androstanol AC -30.46	Etiocholanolone AC 51	Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone / -16:30 -15:80
Valeurs théoriques leurs théoriques + 0.5% tleurs théoriques - 0.5%	5a Androstanol AC -30.46 -29.96	Etiocholanolone AC 51	Androstanediol diAC -33.81 -33.31	11 Kétoetiocholanolone /
Valeurs théoriques eleurs théoriques + 0.5% eleurs théoriques - 0.5% sultats conformes :	5a Androstanol AC -30,46 -29.96 -30,96 oui	Etiocholanolone AC 51 -19:91 -19:41 -20:41	-33.81 -33.31 -34.31	11 Kétoetiocholanolone / -16:30 -15:80
Valeurs théoriques eleurs théoriques + 0.5% eleurs théoriques - 0.5% sultats conformes :	5a Androstanol AC -30,46 -29.96 -30,96 oui	Etiocholanolone AC 51 -19:91 -19:41 -20:41 non CONFORME / NON	-33.81 -33.31 -34.31	11 Kétoetiocholanolone z -16:30 -15:80
Valeurs théoriques leurs théoriques + 0.5% eleurs théoriques - 0.5% sultats conformes :	5a Androstanol AC -30,46 -29.96 -30,96 oui	Etiocholanolone AC 51 -19:91 -19:41 -20:41 non CONFORME / NON	-33.81 -33.31 -34.31	11 Kétoetiocholanolone / -16:30 -15:80
aleurs théoriques + 0.5% aleurs théoriques - 0.5% sultats conformes :	5a Androstanol AC -30,46 -29.96 -30,96 oui	Etiocholanolone AC 51 -19:91 -19:41 -20:41 non CONFORME / NON Rayer la mention	-33.81 -33.31 -34.31	11 Kétoetiocholanolone / -16:30 -15:80

	Opérateur	Res	Responsable			
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa			
8 alfal/4	49 Mus	24/07/06	19 Tura			
	·					

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.



```
Folder : 230706
Sample Name : Stabilite 3
Sample Position
Sample Position : 3
Injection Size : 0.0000
  Sample Type : Sam
   Method : CO2-STAB
Batch Name : 230706
RunTime User : micromass
   Acquisition Time : 09:50:48 Date : 23/07/06 Current Time : 10:01:52 Date : 23/07/06
                           Analysis of Reference Gas Data
     Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
    Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1
42.5 8.459E-8 1.1780E-2 4.2498E-3
102.5 8.466E-8 1.1780E-2 4.2496E-3
162.5 8.456E-8 1.1780E-2 4.2494E-3
222.6 8.442E-8 1.1780E-2 4.2494E-3
282.6 8.499E-8 1.1779E-2 4.2495E-3
342.6 8.562E-8 1.1779E-2 4.2498E-3
402.6 8.627E-8 1.1779E-2 4.2500E-3
462.7 8.632E-8 1.1780E-2 4.2503E-3
522.7 8.640E-8 1.1780E-2 4.2506E-3
582.7 8.618E-8 1.1780E-2 4.2511E-3
                                                                       4.2511E-3
  Std Dev Of Fit
                                             5.2114E-7
                                                                               3.2526E-7
          Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction
 CO2
  Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk
```

Data File Name : DATA 004 Folder : 230706

Sample Name : Mix cal IRMS 003-1

Sample ID

Sample Position : 1

Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-38
Batch Name : 230706
RunTime User : micromass

Acquisition Time : 10:01:53 Date : 23/07/06 Current Time : 10:17:37 Date : 23/07/06

Analysis of Reference Gas Data Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.584E-8	1.1782E-2	4 2517E-3
102.5	8.610E-8	1.1781E-2	4 2518E-3
742.8	8.466E-8	1.1781E-2	4.2505E-3
802.8	8.551E-8	1.1780E-2	4.2508E-3

Std Dev Of Fit

1.4024E-7

2.0412E-2

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
255,7 347.0	5.97E-9 4.55E-9 4.99E-9 4.58E-9	1.5439E-8 1.5465E-8	1.1844E-2 1.1803E-2	4.1720E-3 4.1833E-3 4.1717E-3 4.1565E-3	-28.45 -31.96	-37.68 -35.04 -37.68 -41.13

```
Data File Name
                  : DATA 005
 Folder
                  : 230706
  Sample Name
                  : Mix cal IRMS 003-2
  Sample ID
                  : -
  Sample Position : 1
  Injection Size : 0.0000
. Sample Type
                 : Sam
  Method :
                  : M-AN-38
 Batch Name
                 : 230706
 RunTime User
                 : micromass
 Acquisition Time : 10:17:39 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:48:38 Date : 23/07/06
```

_		Analysis of	Reference	Gas Data	
Ref Delta	13	= -34.50	Ref Delta	18 =	-19.30

Time	36-1		•
TTME	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.531E-B		
		1.1780E-2	4 2517E-3
102.6	8.503E-8	1.1781E-2	4.2516E-3
740 0	0 =====		
742.8	8.519E~8	1.1781E-2	4.2515E-3
802.9	8.535E-8	1.1781E-2	
00215	9.2330 0	T - T 10 TP - 7	4.2517E-3

Std Dev Of Fit

1.1951E-7

1.2352E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

_		-		2/1			dO18Pk
	346.7	3.29E-9 3.56E-9	1.0850E-8	3 1.1793E-2 9 1.1845E-2 3 1.1801E-2 9 1.1804E-2	4.1762E-3 4.1747E-3	-28.28 -32 13	~36.73

```
Data File Name
                  : DATA 006
  Folder
                  : 230706
  Sample Name
                  : Mix cal IRMS 003-3
  Sample ID
  Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type
                 : Sam
  Method
                 : M-AN-38
Batch Name
                 : 230706
 RunTime User
                : micromass
 Acquisition Time : 10:33:24 Date : 23/07/06
 Current Time : 10:49:07 Date : 23/07/06
```

8.481E-8

Ref Delta	Analysis of	Reference	Gas Data
	13 = -34.50	Ref Delta	18 = -19.30
Time	Major	Ratio 2/1	Ratio 3/1
42.6	8.547E-8	1.1781E-2	4_2518E-3
102.5	8.560E-8	1.1781E-2	4.2520E~3
742.8	8.46 4E- 8	1.1781E-2	4.2511E-3

Std Dev Of Fit

802.9

4.0299E-7

1.1780E-2

1.5020E-7

4.2511E-3

4.2510E-3

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk dO18Pk 190.1 5.78E-9 1.4231E-8 1.1796E-2 4.1698E-3 -32.56 -38.23 255.2 4.35E-9 1.4943E-8 1.1842E-2 4.1838E-3 -28.65 -34.98 346.5 4.74E-9 1.4336E-8 1.1803E-2 4.1712E-3 -31.95 -37.86 533.2 4.26E-9 1.3575E-8 1.1806E-2 4.1602E-3 -31.59 -40.36		02					- 1	
255.2 4.35E-9 1.4943E-8 1.1842E-2 4.1838E-3 -28.65 -34.98 346.5 4.74E-9 1.4336E-8 1.1803E-2 4.1712E-3 -31.95 -37.86	닞 _	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
		255.2 346.5	4.35E-9 4.74E-9	1.4943E-8 1.4336E-8	1.1842E-2 1.1803E-2	4.1838E-3 4.1712E-3	-28.65 -31.95	-34.98 -37:86

```
Data File Name
                  : DATA 007
  Folder
                  : 230706
  Sample Name
                  : Mix cal Acetate 001A-100ng inj
😽 Sample ID
  Sample Position : 2
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
 Method
                  : M-AN-41
 Batch Name
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 10:53:36 Date : 23/07/06
 Current Time.
                  : 11:39:17 Date : 23/07/06
                Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
   Time
               Major
                           Ratio 2/1
                                         Ratio 3/1
   122.5
            8.609E-8
                           1.1781E-2
                                         4.2521E-3
   182.6
            8.616E-8
                           1.1781E-2
                                       4.2522E-3
   242.6
             8.618E-8
                           1.1781E-2
                                         4.2523E-3
  2423.4
             8.509E-8
                         1.1781E-2
                                        4.2519E-3
  2483.5
             8.465E-8
                           1.1781E-2
                                         4.25161-3
  2533.4
             8.528E-8
                           1.1780E-2
                                        4.2520E-3
 Std Dev Of Fit
                          1.7125E-7
                                            1.7134E-7
     Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
CO2
  Time
         Height
                   Area
                              2/1
                                         3/1
                                                   dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
  866.6 4.79E-9 2.0679E-8 1.1821E-2 4.1654E-3 -30.29 -68.47
 1229.8 4.79E-9 3.7785E-8 1.1938E-2 4.1666E-3 1302.2 3.63E-9 2.8202E-8 1.1782E-2 4.1663E-3
                                                 -20.01 -66.70
                                                                   -39.05
                                                                            24
                                                                  -39.08
                                                 ~33.70 -66254
 1473.8 3.17E-9 3.2254E-8 1.1976E-2 4.1665E-3
                                                                            24
                                                 -16.69 -66.30
```

-39.06

Optime GC 1.67-2 - Manual DP View Calculate Reporte Parameters Status Englis Data Filename : DATA_007 Date : 23/07/06 Folder 230706 Time 10:53:36 Comment : Mis.cal Acetate 001A-100ng inj Parameters Automatic DP Params Cursor Lines Window 1.00E-8-8,00E.9-6.00E-9-~30,29 a-20.01 4.00E-94 6-33.70 φ -16.69 2.00E.9 0.00E+0 1200 Secs 200 400 600 003 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400

Data Processing Results

```
p Data File Name
                 : DATA 014
                 : 2307<del>0</del>6
  Folder
  Sample Name
                 : Mix Cal Acetate 001A-2
- Sample ID
Sample Position : 2
Injection Size : 0.0000
                 : Sam
 Sample Type
Method
                 : M-AN-41
Method
Batch Name
                 : 230706
  RunTime User : micromass
- Acquisition Time : 20:39:04 Date : 23/07/06
Current Time : 14:24:44 Date : 24/07/06
               Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
   Time
               Major
                           Ratio 2/1
                                       Ratio 3/1
   122.6
             8.663E-8
                           1.1777E-2
                                       4.2533E-3
   182.6
             8.686E-8
                           1.1778E-2
                                       4.2533E-3
   242.6
             8.696E-8
                           1.1777E-2
                                       4.2538E-3
   2423.5
             8.634E-8
                           1.1776E-2
                                       4.2523E-3.
   2483.5
             8.613E-8
                           1.1776E-2
                                        4.2525E-3
                                      4.2530E-3
                           1.1776E-2
  2533.4
             8.650E-8
```

Std Dev Of Fit

2.3526E-7

3.3647E-7

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk d	018
1228.5 1301.0	4.07E-9 3.09E-9	1.7744E-8 2.9964E-8 2.3587E-8 2.6828E-8	1.1932E-2 1.1776E-2	4.1684E-3 4.1712E-3	-20.22 -33.90	-65.52 -65.65	-39.38 -38.89 -38.19 -38.15	24 24 24 24

Status Help <u>Parameters</u> File Calculate Report Edit View · Folder : 230706 Filename: DATA_014 Data Time : 20;39:04 Date : 23/07/08 · Comment: Mix Cal Acetate 001A-2: 230706 Automatic DP Params Parameters ≥ Data Processing Main Graph Cursor Lines Window Graph 100E-8-8.00E.94 6.00€.9 -20.22 -30,56 4,00E.9--33,90 -16.76 2,00E-9-İmajor 0.00E+04 600 1800 2000 2200 1200 1400 1000 200 400 500 Secs

ENREGISTREMENT

Codification: E-FCR-06

Version : E Date :24/11/05

Page: 1/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

Echantillon:

178/07 995474

Instrument:

GC/C/IRMS Isoprime I

Répertoire:

230706

CO et paraphe:

49

Valeur isotopique du réactif de dérivation:

-53

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		E	chantillon
	Sī	Il Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	Data_010	Data_010	Data_011	Data_011
tr (s)	867	1474	867	1478
trr	•	1,700	-	1.705
Intensité (nA)	3.7	3.3	4.0	4.6
S 13 C ‰ mesurée	-30.80	-24.55	-31.64	-24.10
13C ‰ corrigée		-21.56	_	-21.06

Fraction F2 (Kétos)

		Blanc urinaire			Echantillon	
	Sĩ	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	Data_012	Data_012	Data_012	Data_013	Data_013	Data_013
tr (s)	868	1232	1257	866	1230	1254
tır	-	1.419	1.448	-	1.420	1.448
Intensité (nA)	2.7	4.5	5.3	2.2	4.0	3.4
δ ¹³ C ‰ mesurée	-29.94	-25.34	-24.98	-30.07	-26.43	-27.71
δ ¹³ C ‰ corrigée	•	-22.43	-22.03	-	-23.63	-25.05

Fraction F3 (Diols)

	-			
	S1	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol
Nom du fichier	Data_008	Data_008	Data_008	Data_008
tr (s)	867	1306	1337	1652
trr	-	1.506	1.541	1.904
Intensité (nA)	6.2	7.1	2.3	3.6
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.66	-27.54	-28.40	-26.65
δ ¹³ C ‰ corrigée	-	-22.18	-23,22	-21.63

	Echantillon					
	S1	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol		
Nom du fichier	Data_009	Data_009	Data_009	Data_009		
tr (s)	867	1305	1337	1652		
trr	-	1.504	1.542	1.905		
Intensité (nA)	6.8	5.5	2.6	3.3		
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.05	-28.82	-32.12	-26.61		
δ ¹³ C ‰ corrigée		-23.73	-27.72	-21.58		

ENREGISTREMENT

Codification: E-FCR-06

Version: E

Date: 24/11/05 Page: 2/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

	valeur de référence d'u		ntilion s normes	
	δ ¹³ C ‰ haute	δ ¹³ C ‰ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	×	
Etio	-19.56	-26.10	- <u> </u>	
Andro	-18.43	-25.02		
5β Adiol	-18.55	-26.97	×	
5α Adiol	-18.59	-27.40		
5β Pdiol	-18.25	-25,55	~	

	Blu	Echantillon			
	Δ‰	Δ‰ + 0,8‰	Δ %ο	Δ‰ - 0,8‰	
Etio - 11 Kétoétio	-0.87	-1.78	-2.58	-3.38	
Andro - 11 Kétoétio	-0.48	-3.19	-3.99	-4.79	
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,55	-1.35	-2.15	-2.95	
5α Adiol - 5β Pdiol	-1.59	-5.34	-6.14	-6,94	

Seuil de positivité de l'AMA: δ^{13} C‰(métabolite) - δ^{13} C‰(composé endogène de référence) > 3‰ δ^{13} C du composé < -28‰.

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8%

Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

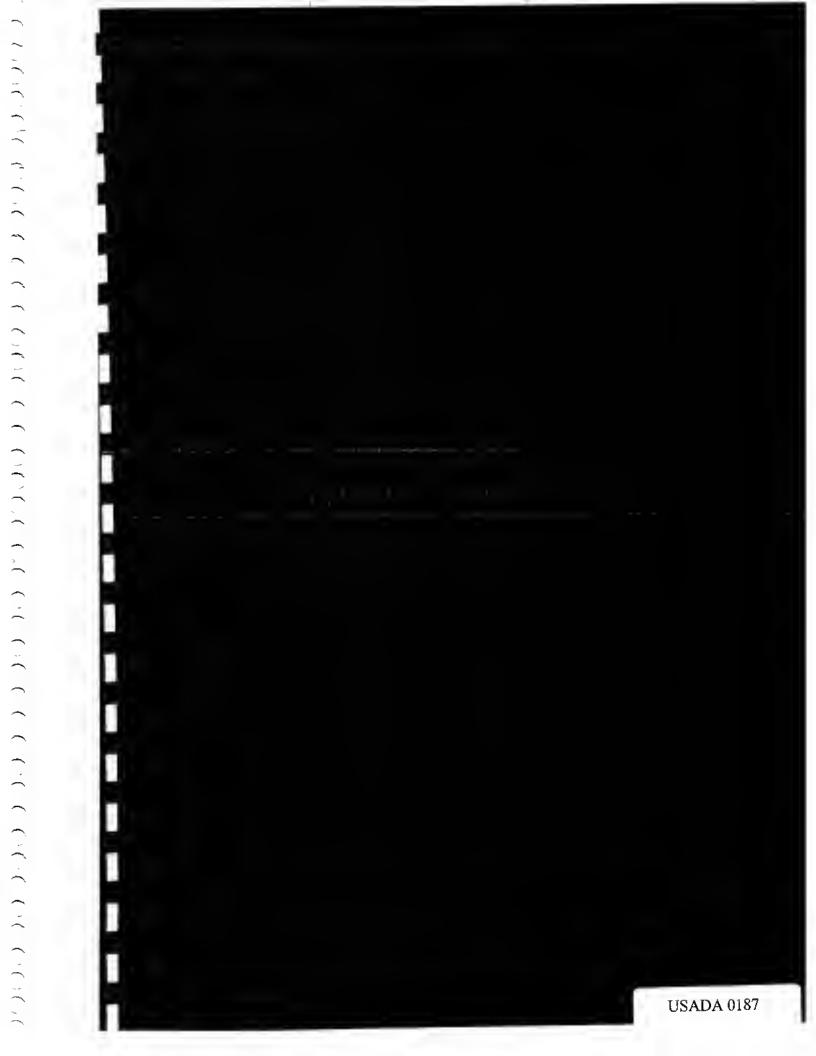
L'origine exogène des métabolites de la testostérone à été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99‰ et 6.14‰, respectivement pour les métabolites androstérone et 5α androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable: Observations:

CB

USADA 0186





Châtenay-Malabry, le 25 juillet 2006



28423

RAPPORT D'ANALYSE Nº 178/07-1

Votre demande d'analyses conventionnelles

Prélévement(s) du Dr BORDABERRY

Sport:

Cyclisme (UCI)

Épreuve et lieu:

TDF 2006: 17 étape à Morzine

Date:

20/07/2006

Réception de(s) l'échantillan(s) d'urine :

Date:

20/07/2006

Type de matériel:

Berlinger

Nombre d'échantillon(s):

1 (sur 3 échantillans reçus)

Référence de(s) l'échantillon(s):

178/07 995474

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA/réglementation nationale : Contrôle en compétition)

Date de début des analyses :

21/07/2006

Méthodes de dépistage utilisées : chromatographies gazeuse (ES02, ES02C*, ES04, ES05*) et liquide (ES03, ES03B*) couplées ou non à la spectrométrie de masse, immunochimie (ES06) et colorimétrie (ES08B*).

Conclusions: (pH = 5.2)

d = 1.025 + -0.002

T/E estimé à 11.4 (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.4 ng/mL (Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Epitestostérone estimée après correction par la densité à 3.9 ng/mL (Variation maximale admissible = 30 %)

Rapport supérieur au seuil de 4

* Hors portée de l'accréditation COFRAC. Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2





RAPPORT D'ANALYSE Nº 178/07-1 (SUITE)

Conclusions (Suite):

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.99 ‰ et 6.14 ‰, respectivement pour les métabolites Androstérone et 5a-Androstanediol.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA:

 Appauvrissement isotopique > à 3 % (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

Dépistage :

Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (ES04)

Confirmation: Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (EC24D) et

spectrométrie de masse de rapport isotopique GC-IRMS (EC31)

NB: Autres essais (ES02, ES02C*, ES03, ES03B*, ES05*, ES06 et ES08B*): Recherche de substances dopantes négative

- Union Cycliste Internationale - C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique- 75700 PARIS)

Pour information:

- J. SOUBLIERE: WADA (fax n°00.1.514.904.18.00)

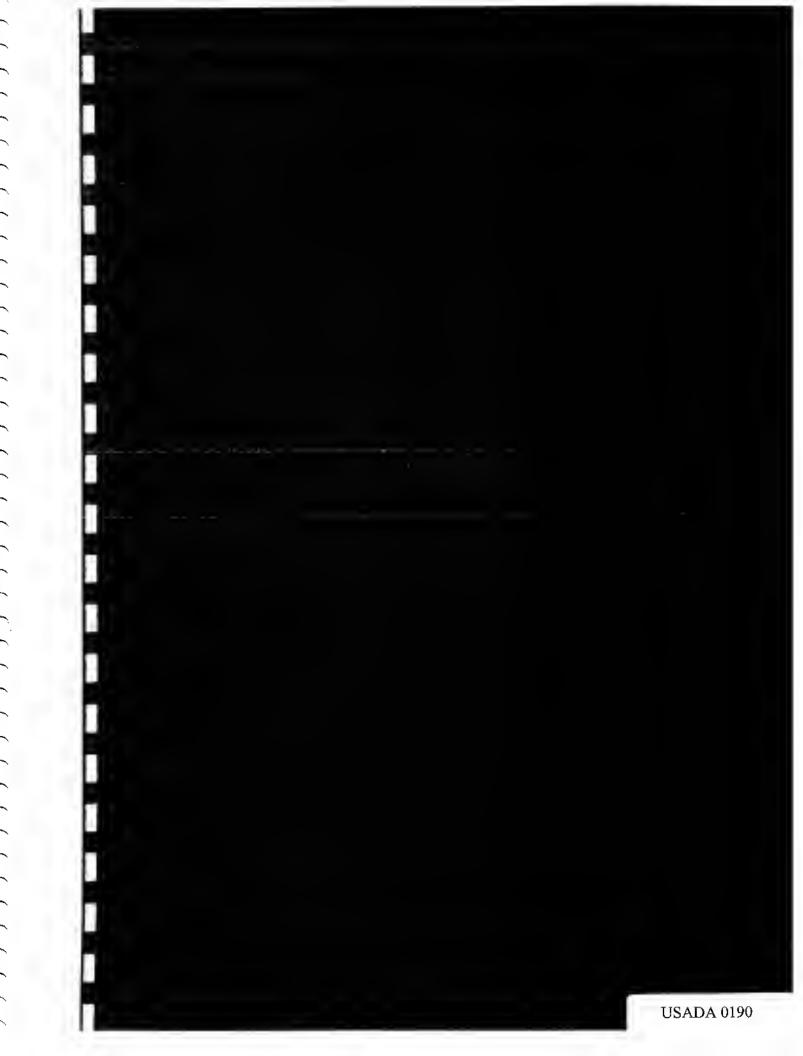
- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète - 33700 MERIGNAC)

* Hors portée de l'accréditation COFRAC.

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est ennfidentiel et comporte 2 page(s).

2/2

J. de CE



	LNDD		ENRE	GISTR	EMENT		Cod Öl Vers	ication	ER	emisc	onf-
	·-			in the second se			Date	.15/01	/2004		1/1
F		EIG	PE DE	REMIS	- Confir	nation					· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
· · · ·			Same and the same of the same		A STATE OF THE STA		Mary Control	Andrews Later All Later Andrews	ing the street of the street o	ker .	1 may 1

Date de la première préparation :	220706
Répertoire de la première auaiyse :	MSD20 /111/06/2707/17-807674
Numéro de série :	178/OF
Numéro échantillon :	28 SU7 4
Produit confirmé :	TIE
Type d'analyse :	Quali (Semi quanti)Quanti (EPO (*)
Remis le :	230106

(*) Entourer la mentiou correspondante à la confirmation effectuée

Cause: SI Saible dans l'alique le échanhillen hydrolyse, lie à l'inhibiteur de dénivation observé au sensening?

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier d'analyse de la série.

CONFIDENTIEL Confront L-CONF-01

LNDD

ENREGISTREMENT (LISTE)

Date: 09/06/2006

1/3

ASSURANCE QUALITE LNDD

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE SPECIMEN

Produits coofirmés	Essai	Iastructioos	Mod op extractioo	Mod op agalyse	Type d'analyse
Stimulants(*)	EC08	I-CONF-08	M-EX-01B	M-AN-02	GC/Quad (SCAN)
		I-CONF-09F	M-EX-02D	M-AN-42	GC/Quad (SCAN)
Formes L et D de	EC57	I-CONF-57	M-EX-57	M-AN-57	GC/Quad (SCAN)
l'Amphétamine et de la	2007	1 0014 01	1		
Methylamphétamine			1		
Amines (*) primaires par	EC11	1-CONF-11	M-EX-05	M-AN-12	GC/Quad (SCAN)
CS2			<u></u>		
Amines (*) primaires par	EC11A	I-CONF-11A	M-EX-05A	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
CS2			<u></u>		
Amines (*) primaires par	EC11B	1-CONF-11B	M-EX-05B	M-AN-12B	GC/Quad (SCAN)
CS2				<u> </u>	5540 1/05437
urveillance AMA : Cafeine		I-CONF-12C		M-AN-02B	GC/Quad (SCAN)
Quali éphédrines	EC13A	I-CONF-13A		M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Quanti éphédrines		I-CONF-13B		M-AN-15	GC/Quad (SIM)
Quanti Noréphédrines	EC13C	I-CONF-13C		M-AN-16	GC/Quad (SIM)
Surveillance AMA:	EC13D	I-CONF-13D	M-EX-08A	M-AN-14	GC/Quad (SCAN)
Ephedrines					,
	*		The state of the s	an agreement and a second	The state of the s
Betabloquants (*)	EC09	I-CONF-09E		M-AN-10	GC/Quad (SCAN)
Betabloquants (*)par MBA	EC14A	I-CONF-14		M-AN-17	GC/Quad (SCAN
Bétabloquants (*) par MBA	EC14B	I-CONF-14I	M-EX-09	M-AN-17	GC/Quad (SCAN)
(sans hydrolyse)				7.5.433.55	VIDY CON CON FOIL
Atenolol (LC)	EC56B	I-CONF-56	M-EX-56	M-AN-56	HPLC/MS3 ESI
	The standard Code and	as my to the test of the and	may be an and any of the different of the	43	
Stupefiants (*)		I-CONF-09		M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Etilefrine		I-CONF-09		M-AN-10	GC/Quad (SCAN
Etilefrine		I-CONF-09		M-AN-34B	GC/Trappe (MS2
Hydromorphone	EC09D			M-AN-10	GC/Quad (SCA)
THC-M	EC25	I-CONF-2:		M-AN-28_	GC/Quad (SIM)
Cocaine -M	EC26	I-CONF-20		M-AN-29	GC/Quad (SCA)
Quali morphine		I-CONF-27		M-AN-30A	GC/Quad (SCA)
Quanti morphine		I-CONF-27		M-AN-30B	GC/Quad (SIM
Semi quanti Morphine:	EC270	I-CONF-27	C M-EX-20	M-AN-30A	GC/Quad (SCA)
surveillance ministère	en i en genera <u>lista</u>	120			.53
The second of the second second second second	m 1 f to 1 m	141 - 1 - 1 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 - 2 -	Ch. Commission	The second of th	CCIC
Anabolisants (*) SPE	_	I-CONF-10		M-AN-11	GC/Quad (SCA
Anabolisants (*) SPE à bas	EC10I	I-CONF-10	DE M-EX-04D	M-AN-07B	GC/Trappe (MS
seuil		1 (0)= -	T 14 TOT 04T	M-AN-11	GC/Quad (SCA
Anabolisants (*) SPE	EC10I	I-CONF-10	M-EX-04D	M-AN-11	GC/Quate (SCA
(sans bydrolyse)	Fara	T CONT.	OD MEN OAD	M ANI OTO	GC/Trappe (MS
Anabolisants (*) SPE	EC101	I-CONF-1	OF M-EX-04D	M-AN-07B	GC/ 11appe (Mr.
(sans hydrolyse) à bas seuil		I CONTE	NO MEN 14	M ANT 11	GC/Quad (SCA
Anabolisants (*) Hexane	EC19	I-CONF-1	D M-EX-14	M-AN-11	GC/Quad (SCA

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006 2/3

ļ	LINDU		ENKEGISI TIC		2/3			
		.1	(LIS	IE)	1	77115		
				S REALISEES AU L	ABORATOIRE	ONFIDENTIEL		
	2	PECI	MEN					
				·				
	Epimethendiol	EC19C	I-CONF-19C	M-EX-04E	M-AN-21E	CCC (CCAND		
	17Epimethandienone	ECISC	1-CONT-19C	M-EX-04E	M-AIN-21E	GC/Trappe (SCAN)		
	6betaOHmethandienone							
	Methyltestosterone M1,M2		-					
	Epioxandrolone,	EC20	I-CONF-20	M-EX-14E	M-AN-11	GC/Quad (SCAN)		
(Oxandrolone, Turinabol-M							
	3'OH Stanozolol	EC21B	I-CONF-21B	M-EX-13B	M-AN-22B	GC/Trappe(MS2)		
	(SI=25ng/mL)							
	Zeranol et Taleranol	EC39B	I-CONF-39B	M-EX-39	M-AN-39	HPLC/MS3 ESI		
	(α et β Zearalanol)							
ĺ	Quali 19Nor (SI=100ng/mL)		I-CONF-23A	M-EX-14	M-AN-1I	GC/Quad (SCAN)		
	Quali 19Nor (SI=25ng/mL)	EC23B	I-CONF-23B	M-EX-14	M-AN-24B	GC/Trappe (MS2)		
	Stabilité 19Nor		I-CONF-23E	M-EX-14D	MAN25B	GC/Quad (SCAN)		
	Quanti 19Nor	EC23C	I-CONF-23C	M-EX-14	M-AN-25	GC/Quad (SIM)		
	(SI=100ng/mL)	EC23D	1-CONF-23D	M-EX-14	M-AN-25	GC/One4 (SINO		
	Quanti 19Nor (SI=25ng/mL) Semi Quanti T/E	EC23D	I-CONF-23D	M-EX-04B	M-AN-27	GC/Quad (SIM) GC/Quad (SIM)		
	Senn Quanti 1/E	EC24D	1-CONF-24D	M-EA-04B	IVI-PAIN-27	GC/Quait (SIM)		
	β-Trenbolone	EC22	I-CONF-22	M-EX-17	M-AN-23	HPLC/MS2 APCI		
	Anabolisants * LCMS	EC22A	I-CONF-22A	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS2 ESI		
	Anabolisants * LCMS	EC22B	I-CONF-22B	M-EX-03D	M-AN-47	HPLC/MS3 ES1		
	Analyse C12/C13 des	EC31	I-CONF-31	M-EX-24	M-AN-52	GC/MS (SCAN)		
	métabolites de la testosterone				M-AN-41	GC/C/IRMS		
	- are religious no train such that the same that is a second of the	Teo (m)	CONTRACT	the survey states with plants the season of the	All to a state of the state of			
	Terbutaline		I-CONF-18A I-CONF-34	M-EX-13A M-EX-34	M-AN-19 M-AN-11	GC/Quad (SCAN		
	Reproterol, Fenoterol Salbutamol	BCI8B	I-CONF-18B	M-EX-13A	M-AN-11	GC/Quad (SCAN GC/Quad (SCAN		
	Salbutamol en MS2	EC18E	<u> </u>	M-EX-13A	M-AN-59	GC/Trappe (MS2		
	Ouanti Salbutamol	EC18G		M-EX-I3A	M-AN-19C	GC/Quad (SIM)		
	>500ng/mL	ECIOO	1-0011-180	M-EA-13A	M-AN-19C	OC Quan (SHAI)		
	- marian	to completely of	15	and the State of t				
	Carlina . Sala ELO person de recue	ES07	I-CONF-07	M-EX-28/28B	M-AN-43	immuno detection		
	HES	EC30	I-CONF-30	M-EX-22	M-AN-35	GC/MS/ISCAN		
	Hormones pepudiques:	EC06	I-CONF-06	Inclus dans M-AN-08	- M-AN-08	- Immunothorescence		
	LH - β-hCG				- M-AN-53	quantitative - Immunochromatograp		
	and the second					qualitative		
	Service of the servic	ত লাৰ্ <u>জাত হৈ</u> পুৰা চল			in the state of the state of			
•	Triamterene	EC40	I-CONF-40	M-EX-40	M-AN-40	GC/Quad (SCA)		
	Diurétiques *	EC28A	÷	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS2 ES		
	Diurétiques *	EC28B	******	M-EX-03C	M-AN-33	HPLC/MS3 ES		
	Thiazides	EC36A		M-EX-36	M-AN-33	HPLC/MS2 ES		
	Amiloride	EC33A	I-CONF-33A	M-EX-02A	M-AN-46	HPLC/MS2 ES		

ENREGISTREMENT (LISTE)

Codification: L-CONF-01

Date: 09/06/2006

3/3

LISTE DES CONFIRMATIONS REALISEES AU LABORATOIRE SPECIMEN

Exemestane	EC37	I-CONF-37	M-EX-27	M-AN-11	GC/Guid SEAN
Tamoxifène-M, Clomiphène-M	EC35	I-CONF-35	M-EX-35	M-AN-11	GC/Quad (SCAN
Glucocorticoides *	EC32A	I-CONF-32A	M-EX-29	M-AN-45	HPLC/MS2 ESI

* : Terme générique, pour connaître le détail des molécules concernées consulter l'instruction I-CONFcorrespondante

WITH PLANTS	eren iza	20 Eur 842		EF 2
and the second	100	22.2		W. TE
2 July 10 18 5	L W. IT W. L	M 322 QT	F 10 10	
TO.		2000		200

Date de création	Motif	Date diffusion		
A	Création du document.	29/09/2003		
В	Ajout colonne des Essais + Mises à jour (I-CONF-19D, I-CONF-19C)	05/04/2004		
С	changement d'identification des essais de confirmation ajout des conf LC, IRMS, HES, immuno et EPO	27/09/2004		
D				
E	Recodification des essais EC09, EC28, EC32, EC22	07/02/2006		
F	Ajout de la conf quali GC/MS2 du Salbutamol Ajout de la Conf LC/MS3 pour les métabolites du zéaranalol Ajout de la conf CG /SM des formes L et D de l'amphétamine et de la Methylamphétamine Ajout de la confirmation générale en GC/MS2 des anabolisants	09/06/2006		

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E Date :01/12/2005

1/3

De De Preparation - Configuration L'EPITESTOSTERONE Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A L'EPITESTOSTERONE Documents cités : E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés. Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tableau récapitulatif des étapes à réaliser en fouction de l'aliquote à traiter

Designation	Lavage à l'ether étapes en gris clair	Hydrolyse étapes en trait épais	Extraction - évaporation - dérivation étapes en trait normal
Blanc urinaire	*		*
Réfèrences	*		*
Aliquote échantillon	* .	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire		•	. *

O érations	Matériel Tube à vis (13*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	Réactifs et produits CONFIDENTIEL
	Dispensette Rolling Centrifugeuse 4000tr/min	APPLICABLE 16
164-41	Pipette Pasteur Poire de prélèvement Bain à sec	Azote
		RANCE QUALITÉ LNDD
Prise d'essai = 2 mL	Tube échantillon Gilson (12 Pipette Biohit 1-5mL, cône	•
Ajouter 50μL de SI	Pipette à poussée positive Cône eppendorf	17aMethyltestosterone (SI3-) à 4mg/L

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date:01/12/2005

2/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références

Pipette à poussée positive PECINEN

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14 Vortex

Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH

Ajouter 1mL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 à +4°C

(cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser

Compte gouttes

betaglucuronidase +4°C (b-glu)

CONFIDENTIEL

à

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Centrifuger 5 min

Extraire sur SPE GILSON

selon I-EX-11 (application anabo)

Centrifugeuse 4000tr/min

Gilson

Cartouche SPE C18

Tube recueil Gilson (12.5* 100)

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50 µL de réactif H Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100µL Réactif H2 (cf M-P-

03B)

Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A

Vial plastique

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005 3 / 3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

	Paranagaine ites		
rédigė par	Esther CERPOLINI	30/11/2005	Mondini.
vėrifiė par	Nathalie MECHIN	30/11/2005	fee how
vérifié par	Aurélie LAURENT	01/12/2005	The state of the s
approuvė par	Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	Allan
			(20)

Nº Version	Motif	Date
R	Création du document.	15/09/2003
C	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	10/09/2004
D	Suppression de I-CONF-24E Ajout des consignes concernant le cq urinaire	18/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote echantillon	01/12/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

Version: A Date: 14/02/2005

SPECIMEN

1/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Documents cités: I-M-01, I-N-35

Matériel utilisé : ASPEC XL4

Méthode: Anabo

Durée d'extraction pour une ligne de 4 tubes : eoviron 23 min Type de cartouches utilisées : Boad Elut C18 200 mg 3 mL

1. Disposition des solvants

Réservoirs : Eau ultrapure

Voie A: Methanol

Voie B : Hexane

Ether - the Letion os

Voie C: Tert-butyla methyla oxyde (TBME)

Voie D: Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v)

ASSURANCE QUALITE

CONFIDENTIEL

2. Préparation des solvants

Mélange Eau/Méthanol (90/10 v/v) :

- Prélever 100 mL de méthanol à l'aide d'une éprouvette.

- Les transvaser dans une fiole jaugée de 1L de catégorie A.

- Compléter avec de l'eau ultrapure jusqu'au trait de jauge.

- Boucher et agiter manuellement.

- Conserver ce mélange dans une bouteille fermée et identifiée avec le contenu, la date de préparation et le code op du préparateur.

3. Lancement de la séquence d'analyse

Effectuer les primes et les purges selon I-M-01. Lancer l'extraction selon I-N-35.

4. Résumé de la méthode d'extraction

Etape	Solvant / Fluide	Volume / Temps	Débit (mL/min)
Rinçage aiguille	Eau ultrapure		
Conditionnement cartouche	Méthanol	2 mL	4
Conditionnement cartouche	Eau ultrapure	2 mL	8
Dépôt de l'échantillon	Echantillon	3,5 mL	2
Rinçage cartouche	Mélange Eau/Méthanol	2 mL	4
Séchage	Azote	3 min	
Rinçage cartouche	Hexane	3 mL	6
Séchage	Azote	2 min	
Elution	TBME	4 mL	4

INSTRUCTION

Codification: I-EX-11

Version: A

Date: 14/02/2005

2/2

EXTRACTION LIQUIDE/SOLIDE : METHODE ANABO

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Agnès BARLAGNE	11/02/2005	-Koatgra
vérifié par	Nathalie MECHIN	11/02/2005	Reheir
vérifié par	Sandrine MARTIN	14/02/2005	fort of
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	14/02/2005	La Men

EVOLUTIONS:

Nº Version	Motif	Date
A	Création du document.	14/02/2005

SPECIMEN

CONFIDENTIEL

CHE DE SUIV									ate: _		3/09/20	100		
	/I DES ALIQUO	TES POUR LA	CONE	TRMA	TION	/CON	TRE	EXPE	RTIS	E EN C	c			
chantillon: 178107 99, 99517 4 Mode opératoire d'extraction: M-Fx-OuB														
		Températur	e en °	c		_		hée	Paraphe				-	
Hmet no:	7	99.9							_		<u> </u>	5-4		
efract n° .	2				1_0	023	5_					-		
	Mahantillon	99 (P)() (]	Teure	de n	nise i	à l'aπ	bian	t: [<u> </u>	05		
						-					raphe	: (5	
													en n	αŃ
Donneur	Densite		À.	·	·-	101		-		_		$\overline{/}$		
W 71	1 000		7					_			7			
16 3 1	1-027			olun	e pré	levé	en μ		Con	c ref c	lans l	E en	nà /	щL
. 12 33C	Code sol ref	Conc sol ref		2	3	_	- 5	6	1	2	3	4	5	6
raciono	573-046	umall	50						ß					
]_						-		- -			
2000	113 -033	Anglut.	124	ID.	娱			-	7.) <u>.</u>	_	-		
	H3-032	laguin	-	_	60	19		-				60		
	#T-055	ACAD III	1										_	
760	HO-035	Inglat	L.	60		Ĺ.,		<u> </u>	2	30	100		_	_
	H10_034	Mayh	┷		136	100	├-	 	┢	 	TIR		1	╁
	HID-031	1000 r	┥—	1		12		-	╅╴	+	+	300	1	
			+	+	1									
			上			L,				1_		<u> </u>	_	1
Date	Heure débu	Récupéré :	1	Iden	tifica	tion (du m	atérie	l uti	isé		Pa	apne	
											\perp	Œ		
			Ba	in à s	ec n	•	<u>a</u> 6	$b_{i\alpha}$				<u>Ç</u>		
220100	11 40		T (°C):			ر				\perp		1	·
09/06/01	13/10		Co	de ta	mpor	1;	T 19	<u>30</u>	<u>₩</u>	<u>-0</u>	1			
	1 . 1	רילרי	Dl	u enz	уше	: 2	210	501	06			Ĉ		
290706	12"12	13 1+									+-			
	13h2V	in hos	R7									É	- '	
220106	حاد دا	- PIU 4.5	G	lson	n°:	1				:_				
		<u> </u>	Li	eu:								_	_	
97.0106	14 50	15h35	, B	ain à	sec 1	<u>n°:</u>	17				+	(2	-	
							ız							
log Dane	1540	167	N 157	d					_				6	
92 0100	10 40	126 0	- IC	ode o	u dlu	ı du r	éacti	f1:	O 2	108	107	V		-
			D	ériva	tion	2				,				
			1											
			_								\neg			
├			Y D	witt o										
	 		 T	io							-+			
	Donneur Donneur Donneur Donneur Donneur Donneur Docknore Docknore Date 220706 220706	Donneur Densité 1 - 029 DEF, SI) Code sol ref OSTRINE SI 3-016 DOC H3 - 033 H3 - 033 H3 - 033 H10 - 035 H10 - 031 H10 - 031 Date Heure débu 220706 11h02 220706 12h10 220706 13h30 220706 13h30	imet n°: 7 efract n° 2 ambiant de l'échantillon 22006 2 mL Donneur Densité Facteur de 1/ EF, SI) Code sol ref Conc sol ref Cocknore 513-016 4 mg l H3 -033 4 ng l H3 -033 4 ng l H3 -033 10 ng l H3 -033 10 ng l H10-031 10 ng l H10-031 10 ng l H10-031 10 ng l H10-031 10 ng l H10-031 10 ng l H10-031 10 ng l 220706 11 h02 11 2 13 17 220706 13 30 14 h4 5 220706 13 30 14 h4 5	### Heure début Récupéré à 1/10/2016 1/1	### ##################################	Apparent Apparent	Apparent	Apparent Apparent	Heure de mise à l'an	Apparent Apparent	Apparation App	Appareil Finet n°: 7 2 9 9 5.92 Appareil Finet n°: 7 2 mL Heure de la PE: 8 10 50 Paraphe Paraphe Donneur Densité Facteur de dilution Vol (en mL) Vol cau aj Volume prélevé en µL Conc ref dans 1 Volu	Appareil Intert n°: 7	Appareir Finet n°: 7 2

dlu : date limite d'utilisation

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

TOPLEVEL PARAMETERS

```
Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
Method Sections To Run:
  (X) Save Copy of Method With Data
  ( ) Pre-Run Cmd/Macro =
  (X) Data Acquisition
  (X) Data Analysis
  ( ) Post-Run Cmd/Macro =
Method Comments:
 Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection
en split
                         END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                         --------
                         INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                         _____.
                 GC
Sample Inlet:
Injection Source: GC ALS
Mass Spectrometer: Enabled
6890 GC METHOD
OVEN
                                    Maximum temp: 325 'C
   Initial temp: 160 'C (On)
                                    Equilibration time: 0.50 min
   Initial time: 0.00 min
   Ramps:
    # Rate Final temp Final time
     1 4.00 255 0.00
2 30.00 300 2.75
     3 0.0(Off)
   Post temp: 0 'C
   Post time: 0.00 min
   Run time: 28.00 min
                                  BACK INLET ()
FRONT INLET (UNKNOWN)
   Mode: Split
   Initial temp: 280 'C' (On)
Pressure: 175.0 kPa (On)
   Split ratio: 12.1:1
Split flow: 11.7 mL/min
   Total flow: 15.2 mL/min
   Gas saver: Off
   Gas type: Helium
                                   COLUMN 2
COLUMN 1
                                                        Page:1
                      Sat Jul 22 13:31:13 2006
Method: MAN27.M
```

-

USADA 0201

```
Model Number: Agilent 19091Z-002
  HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
  Max temperature: 350 'C
  Nominal length: 25.0 m
  Nominal diameter: 200.00 um
  Nominal film thickness: 0.11 um
  Mode: constant pressure
  Pressure: 175.0 kPa
  Nominal initial flow: 1.0 mL/min
  Average velocity: 41 cm/sec
  Inlet: Front Inlet
  Outlet: MSD
  Outlet pressure: vacuum
                                      BACK DETECTOR (NO DET)
FRONT DETECTOR (NO DET)
                                      SIGNAL 2
SIGNAL 1
                                         Data rate: 20 Hz
  Data rate: 20 Hz
                                         Type: test plot
   Type: test plot
                                         Save Data: Off
   Save Data: Off
                                         Zero: 0.0 (Off)
   Zero: 0.0 (Off)
                                         Range: 0
  Range: 0
                                         Fast Peaks: Off
   Fast Peaks: Off
                                         Attenuation: 0
   Attenuation: 0
                                      COLUMN COMP 2
COLUMN COMP 1
                                         (No Detectors Installed)
   (No Detectors Installed)
THERMAL AUX 2
   Use: MSD Transfer Line Heater
   Description: Interface
   Initial temp: 280 'C (On)
   Initial time: 0.00 min
      # Rate Final temp Final time
      1 0.0(Off)
                                       POST RUN
                                          Post Time: 0.00 min
TIME TABLE
                                           Parameter & Setpoint
              Specifier
   Time
                             7673 Injector
     Front Injector:
                                    0
        Sample Washes
                                     0
        Sample Pumps
        Injection Volume
                                  2.0 microliters
                                  10.0 microliters
        Syringe Size
                                   3
        PostInj Solvent A Washes
        PostInj Solvent B Washes
                                      3
        Viscosity Delay
                                     0 seconds
        PreInjection Dwell
                                  Fast
                                  0.00 minutes
        PostInjection Dwell
                                  0.00 minutes
     Back Injector:
No parameters specified
                                MS ACQUISITION PARAMETERS
```

Capillary Column

(not installed)

```
rune file : atune.u
Acquistion Mode : SIM
Tune File
MS Information
  __ ____
                  : 2.50 min
Solvent Delay
EM Absolute : False
EM Offset : 400
Resulting EM Voltage : 1752.9
  [Sim Parameters]
  GROUP 1
                      : 1
: Low
  Group ID
 Resolution
Plot 1 Ion
  Ions/Dwell In Group ( Mass
                        ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell) ( Mass, Dwell)
                         (209.3, 50) (301.3, 50) (327.3,
                                                                    50)
                         ( 341.3, 50) ( 417.3,
                                                                    50)
                                                    50) ( 431.3,
                         (432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50)
   [MSZones]
                        : 150 C maximum 200 C
: 230 C maximum 250 C
  MS Quad
  MS Source
                             END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                           END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                           ______
                           DATA ANALYSIS PARAMETERS
   Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M
   Percent Report Settings
  ------
   Sort By: Signal
   Output Destination
      Screen: No
      Printer: Yes
                          Sat Jul 22 13:31:13 2006
                                                              Page:3
   Method: MAN27.M
```

General Information

```
Integration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method:
Signal Correlation Window: 0.020
Quantitative Report Settings
______
Report Type: Summary
Output Destination
    Screen: Yes
    Printer: No
   File: No
Generate Report During Run Method: No
Quantification Testostérone / Epitestostérone
Calibration Last Updated: Fri Jul 21 16:01:39 2006
Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00
 Compound Information
 ______
                                          (ISTD TR)
 1) Méthyltestostérone
 Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.
         Conc (ng/ml) Response
          100.000 3723520
                     3989786
 2
          100.000
                     S093742
          100,000
 3
                 100.000 ng/ml
    ISTD conc:
 Curve Fit: Linear
 2) Epitestostérone
 Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.
 Lvl ID Conc (ng/ml) Response
            5.000 149154
 1
                      1136908
            30.000
 2
           60.000 3173258
 3
 Curve Fit: Linear, forced through origin
                        Sat Jul 22 13:31:13 2006
                                                          Page: 4
 Method: MAN27.M
```

USADA 0204

File:

No

Sequence N Method-Sections (X) Full Method
() Reprocessing Only Line Type Vial DataFile 2 Sample 2 Sample 1 RJ 4 Sample 3 RT 44 1 Sample 2 Sample 5 Sample 8 Sample 9 Sample 10 Sample 10 Sample 12 Sample 13 Sample 14 Sample 15 Sample 16 Sample 17 Sample 18 Sample 19 Sample 20 Sample 21 Sample



DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Percent Report Settings Sort By: Signal Output Destination Screen: No Printer: Yes No File: Integration Events: AutoIntegrate Generate Report During Run Method: No Signal Correlation Window: 0.020 Qualitative Report Settings Peak Location of Unknown: Apex Minimum Quality Library to Search 0 DEMO.L Integration Events: AutoIntegrate Report Type: Summary Output Destination Screen: No Printer: Yes File: No Generate Report During Run Method: No Quantitative Report Settings Report Type: Summary Output Destination Screen: Yes Printer: No File: No Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M

Page:1

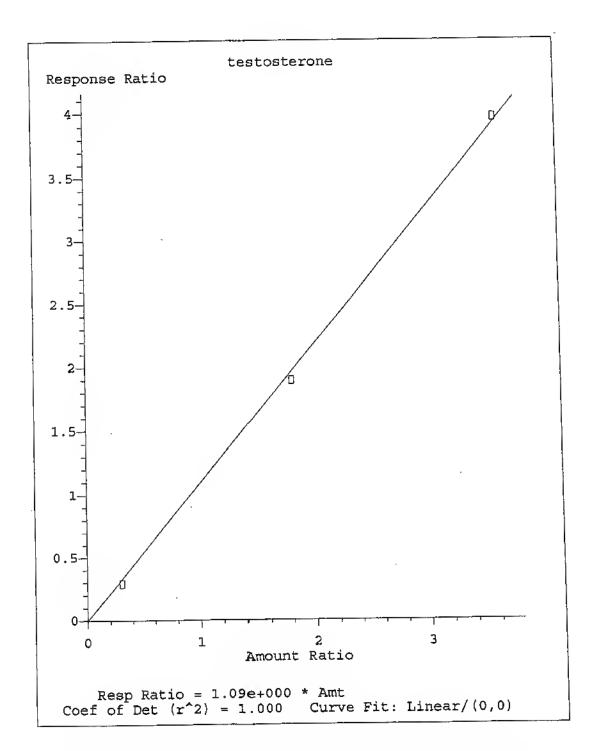
Mon Jul 24 12:55:02 2006

```
Quantification du rapport T/E
Calibration Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006
Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00
Compound Information
(ISTD TR)
 1) Methyltestosterone
Ret. Time 20.92 min., Extract & Integrate from 20.42 to 21.42 min.
                                  Integration
         Rel Resp. Pct. Unc.(rel)
Signal
                                  man27.e
Tgt 301.30
Lvl ID Conc (ng/mL) Response
       100.000 4680010
1
         100.000
                  4212735
2
        100.000 5428625
Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
Curve Fit: Linear
( )
 2) Epitestosterone
Ret. Time 18.51 min., Extract & Integrate from 18.01 to 19.01 min.
 Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
                                  man27.e
 Tgt 432.40
 Lvl ID Conc (ng/mL) Response
          5.000 181309
 1
          30.000
                   1100720
 2
                3350917
          60.000
 Qualifier Peak Analysis ON
 Curve Fit: Linear, forced through origin
 ( )

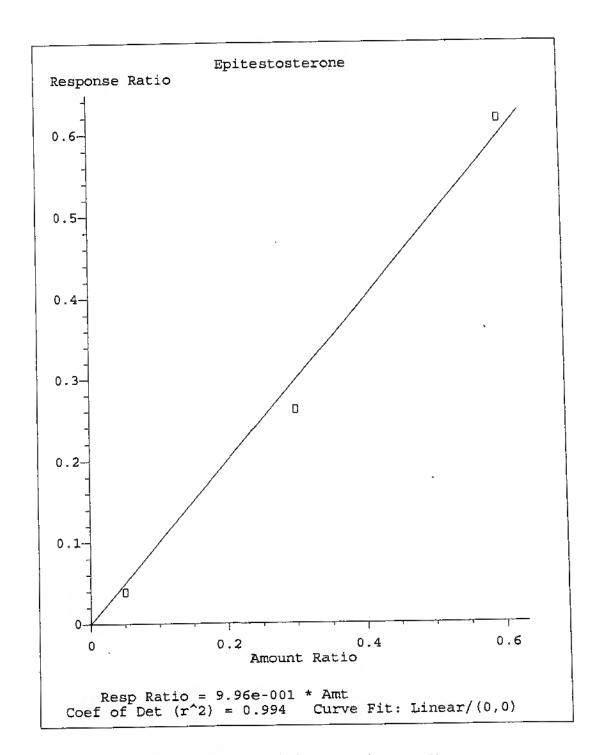
 testosterone

 Ret. Time' 19.31 min., Extract & Integrate from 18.81 to 19.81 min.
 Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel)
                                  Integration
                                  man27.e
 Tgt 432.40
 Lvl ID Conc (ng/mL) Response
        30.000 1359912
180.000 7964015
 2
         360.000 21495301
 3
 Qualifier Peak Analysis ON
                                                    Page:2
                      Mon Jul 24 12:55:02 2006
 Method: MAN27.M
```

USADA 0207



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Mon Jul 24 12:54:54 2006

File: D:\Msd20\juil06\2207\BLUTE.D

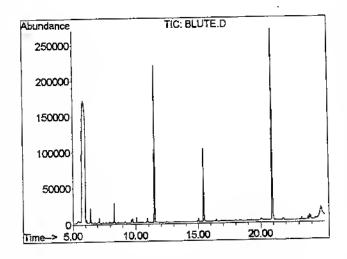
Operator: 18

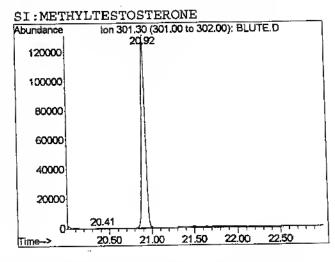
Date Acquired: 22 Jul 2006 17:31

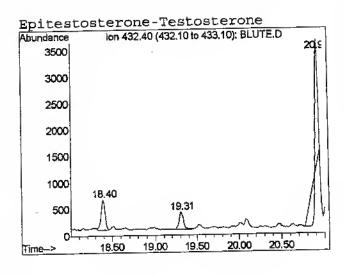
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blu te

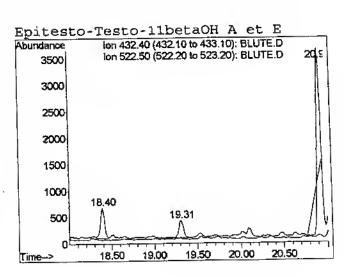
Misc Info:

Vial Number : 9









File: D:\Msd20\juil06\2207\BLURTE.D

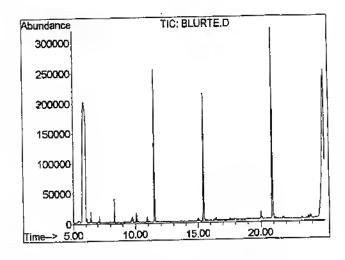
Operator: 18

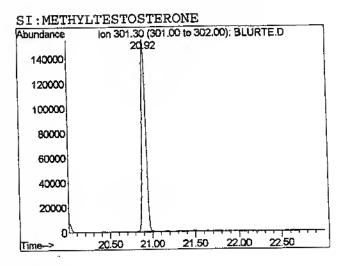
Date Acquired: 22 Jul 2006 19:35

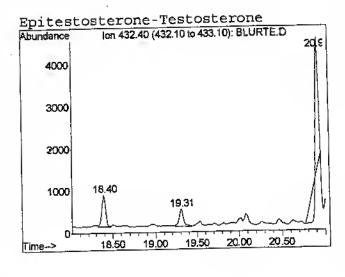
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: blute

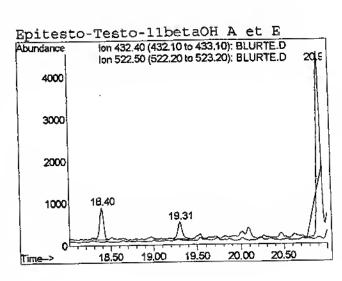
Misc Info:

Vial Number : 12









D:\MSD20\JUIL06\2207\17807474.D

Data File Path

D:\MSD20\JUIL06\2207\

Data File Name

17807474.D

Operator

18

Date Acquired

7/22/2006 18:02

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

178/07 995474 te

Vial Number

10

Calibration Title
Last Calibration Update

Quantification du rapport T/E Mon Jul 24 12:54:54 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	<u>Name</u>	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
# 4\	*ISTD	21.13	301.3	Methyltestosterone	1397296	100.00	ng/mL
2)	1011	18.56	432.4	Epitestosterone	244818	17.59	ng/mL
3)		19.35	432.4	testosterone	2621497	172.23	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.7	9.8

File: D:\Msd20\juil06\2207\17807474.D

Operator: 18

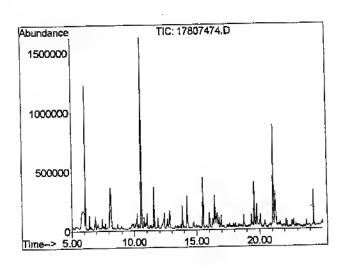
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:02

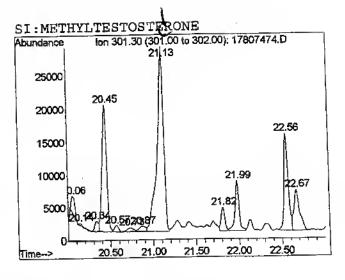
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

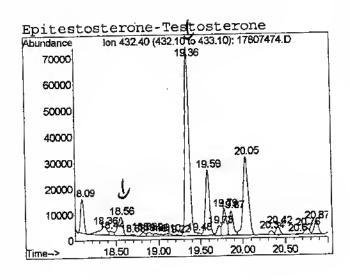
Sample Name: 178/07 995474 te

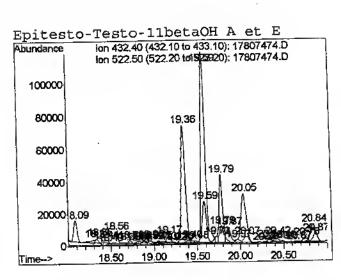
Misc Info:

Vial Number : 10









D:\MSD20\JU|\L96\2207\1780774B.D

Data File Path

D:\MSD20\JUIL06\2207\

Data File Name

1780774B.D

Operator

18

Date Acquired

7/22/2006 18:33

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

178/07 995474 te SSH

Vial Number

11

Calibration Title

Quantification du rapport T/E

Last Calibration Update

Mon Jul 24 12:54:54 2006

#	Peak Type	Ret Time	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	Target Response	Amount	<u>Units</u>
4)	*ISTD	20.94		Methyltestosterone	4818729	100.00	ng/mL
- 1)	1010	18.61	432.4	Epitestosterone	4968	0.10	ng/mL
2)			•	testosterone	. 55662	1.06	na/mL
3)		19.36	432.4	restastatone	: 00002	,	

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.2	10.2



File: D:\Msd20\juil06\2207\1780774B.D

Operator: 18

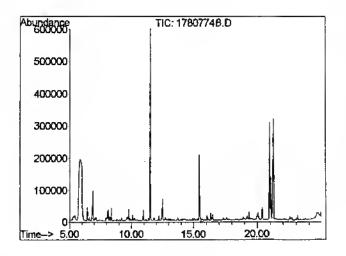
Date Acquired: 22 Jul 2006 18:33

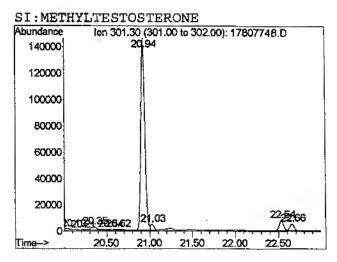
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

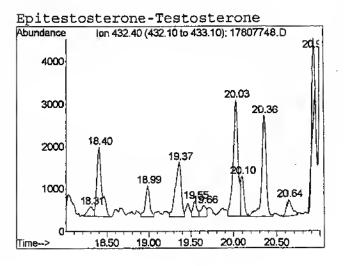
Sample Name: 178/07 995474 te SSH

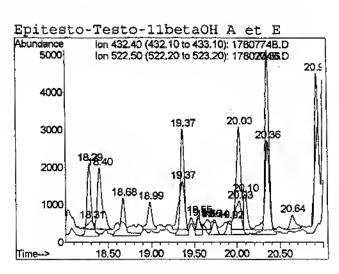
Misc Info:

Vial Number : 11









File: D:\Msd20\juil06\2207\REF1TE.D

Operator: 18

Date Acquired: 22 Jul 2006 20:05

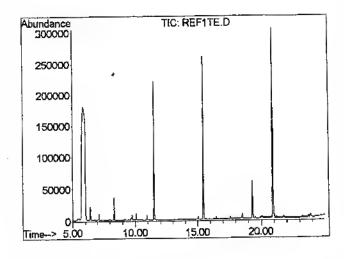
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

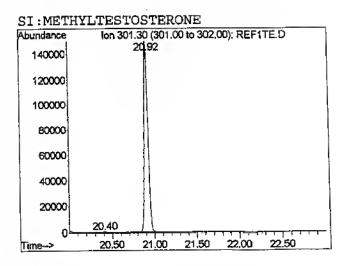
Sample Name:

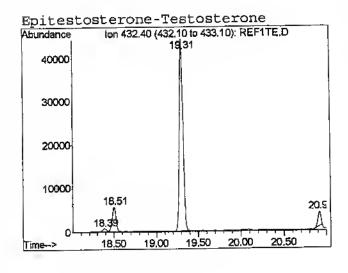
blu t30 eS

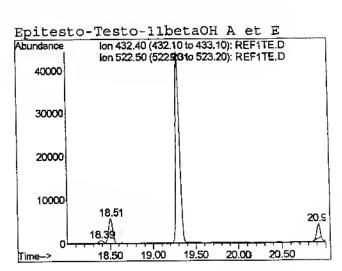
Misc Info:

Vial Number : 13









File: D:\Msd20\juil06\2207\REF2TE.D

Operator: 18

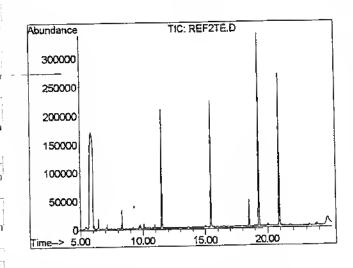
Date Acquired: 22 Jul 2006 20:36

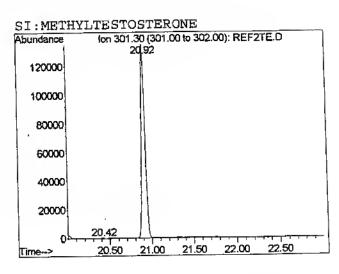
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

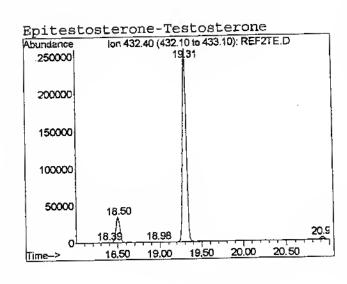
Sample Name: blu t180 e30

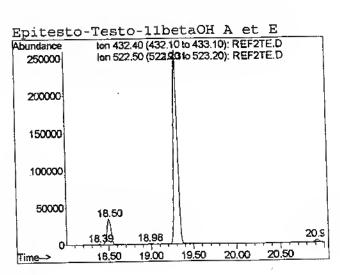
Misc Info:

Vial Number : 14









File: D:\Msd20\juil06\2207\REF3TE.D

Operator: 18

Date Acquired: 22 Jul 2006 21:07

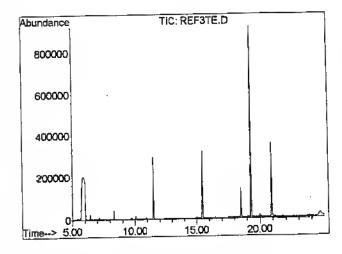
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

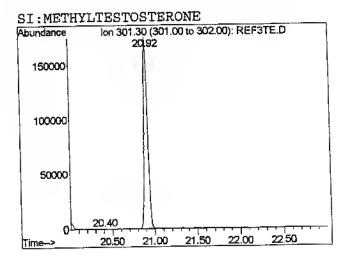
Sample Name: blu t360 e60

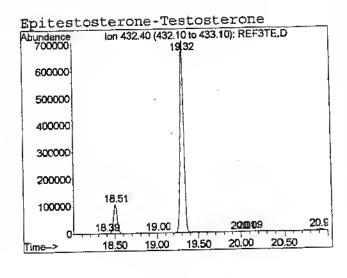
Misc Info:

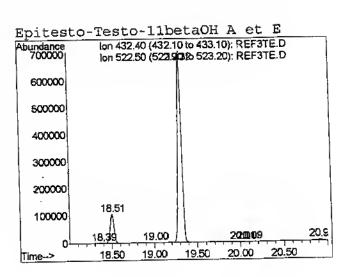
Vial Number : 15

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









LNDD

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version : B

Date: 08/03/2006

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

Numéro d'identification de l'appareil :

R MSD2D

Date:

29107106

-4	C	3114		diam
	- Source	\mathbf{a} . It	nisa	LUUH

MSD

Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire

Autotime: Abondance de l'ion 502 > 3%

Repeller < 35

Polaris

Ion time > 2 ms

Observations

2 - Etanchéité du système

Oui Non

Oui Non

MSD /

18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2),

44/69 (CO2) < 10%

Polaris

Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18

Observations:

3 - Sensibilité

Screening

Recal / Mix conforme

Conf

TP conforme - Richier : TPIE

TP conforme - Fichier : T PIE

TP conforme - Richier:

TP conforme - Fichier:

TP conforme - Richier:

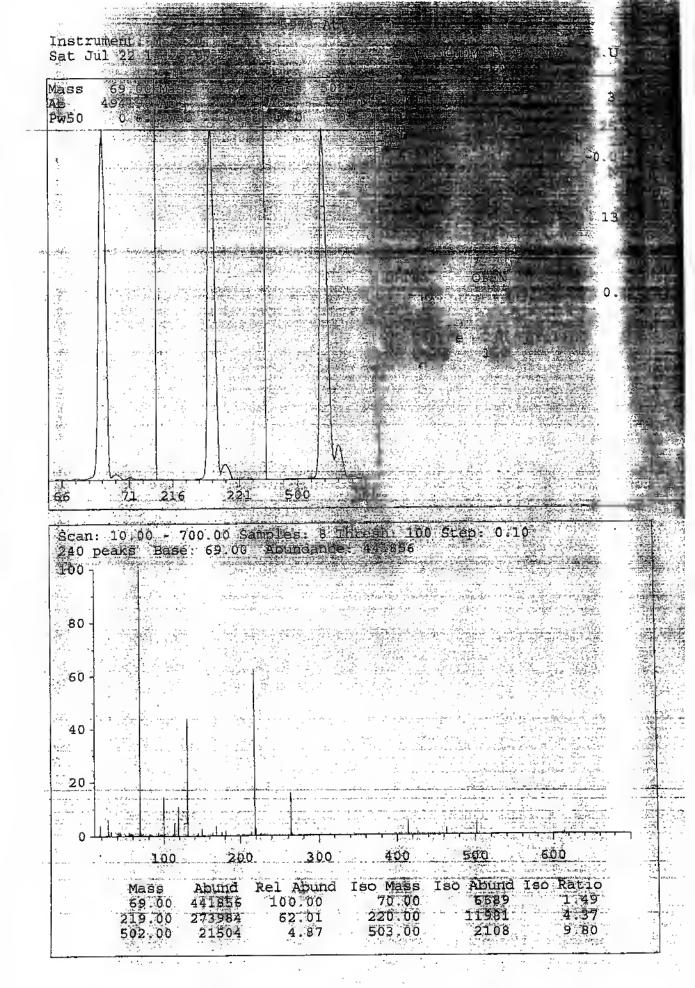
Oui Non

Observations:

Code opérateur et paraphe :



Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil



File: D:\Msd20\juil06\2207\TPTE.D

Operator: 18

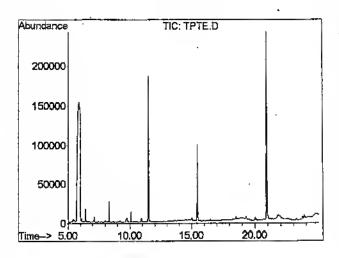
Date Acquired: 22 Jul 2006 16:29

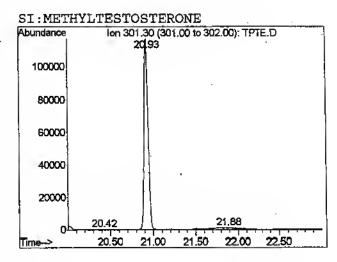
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: tp te2

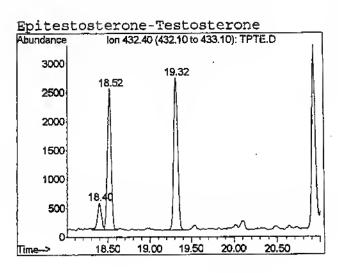
Misc Info:

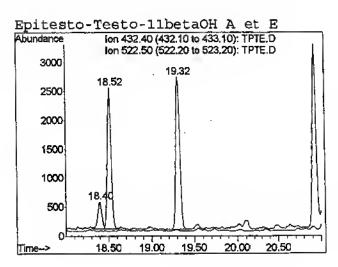
Vial Number : 8

Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone









LND	D	ENI	Code: Version: Date: Page:	E-FCR-04B E 29/05/2006 1/1			
		FICHE D'ANALY	SE / RESULTA	T - CONFIR	MATION SEMI-QU.	ANTITATIVE	T/E
araphe	: E		•••				
Echanti	llon: [17	8/07 995474		Dilution:	1/ 1	
lon de c	quantification	n Testo et Epitesto:	432	lon de	quantification SI:	301	
Concen	tration de la	référence 1 :	Testosterone:	30	Epitestosterone	: 5	T/E théorique: 6
Concen	tration de la	référence 2 :	Testostérone:	180	Epitestosterone	: 30	T/E théorique : 6
		référence 3 :	Testostérone:	360	Epitestosterone	e: 60	T/E théorique: 6
F	ichier	Surface du Sl	Surface Te	stosterone	Surface Epitestoster	one	
REF1	REFITE	4680010	1359	912	181309		
REF2	REF2TE	4212735	7964	1015	1100720		
REF3	REF3TE	REF3TE 5428625 21495301 3350917					
17807474 1397296		262	2621497 244818				
N. W. O. Y. TI		IECHANEU I ON					
KESUI	LIAI DE L]	Concentration	-	Concentrati	on E itestostérone	Report T/E	en surface
		172,0		17,6			
Valet	ur obtenue		ng/mL		ng mL		
Vale	eur finale	172,0	ng/mL	17,6	ng/mL	10,7	
	·		Partie à	remplir par	le responsable		
		du rapport T/E (e		- V	- 4	, */1. m	estosterone: 20/
Incertit		a méthode) pour le			Epitestosterone : 30		estosterone: 207
		basse du rapport Ta		Résult	at: Anorn	ıal:	
	Valeur	haute du rapport To	E: 42.5		lnclas	sable :	
					Négat	if:	
			4 . 4		man la dansité (cf.)	og F INC 02\.	
Corre			stosterone et E	pitestosterone	par la densité (cf d	DC E-HVC-03):	PARAPHE
		é affichée o du réfractomètre			942		
		é corrigée :			1095		₹
Í						-	
	Facten	r de correction		1	0.46		

Ecart no:

Concentration corrigée d'Epitestostecone

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

1 on re-ana yse du : 15 au 15003/2006

Echantillon nº 995474 "B" (178/07-1) Prélevé le 20/07/2006

<u>UCI</u>

<u>CA demandée par</u> : UCI et USADA le 31/07/2006

<u>Compétition</u>: Tour de France 2006 (17^{ème} étape) à Morzine

<u>T/E = 11.0 + Origine exogène des métabolites de la</u> <u>Testostérone</u>

USADA 0224

CERTIFIÉ CONFORME A L'ORIGINAL

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-31
	Danua 1 au 3 0
Sample collection control form (995474)	Pages 1 and 2
Documentation of Shipping (E-AR-02)	Page 3
Documentation of receipt of intact sample	Page 4
Mails from: USADA/UCI/LNDD/CPLD/Dr. De Boer	Pages 5 to 22
Staff involved in the B analysis	Page 23 Page 24
Acknowlegment of receipt of A sample documentation package	Pages 25 and 26
Opening form of sample B	Pages 27 to 31
Internal chain of custudy of A and B samples and aliquots	1 ages 27 to 31
SECTION 2 : TECHNICAL PART	pages 32 -134
2.1 Analysis for confirmation of T/E ratio	Page 32 to 43
List of confirmation analyses, method and preparative form, description of analysis	Page 44
Analysis program	Pages 45 and 46
Calibration curves	Pages 47 and 48
 Negative aliquot Sample B 995474 aliquots (N=3 with hydrolysis; N=1 without hydrolysis) 	Pages 49 to 56
- Sample B 9934/4 aniquots (14-5 with hydrorysts, 14 4 thatas and 4-5 and	Pages 57 to 59
- Positive aliquots	Page 60
Result form Data on instrument performances	Pages 61 to 64
2.2. Confirmation analysis by GC/C/IRMS List of confirmation analyses, method and preparative form	Pages 65 to 73
List of confirmation analyses, illediod and preparative form	J
2.2.1. GC/MS analysis	Dames 74 to 79
Description of GC/MS analysis	Pages 74 to 78
Analysis program	Page 79 Pages 80 to 93
GC/MS analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 94 to 96
Result form	Pages 97 to 99
Data on instrument performances	Tages 97 to 77
2.2.2. Isotopic ratio analysis	Deces 100 to 10
Description of GC/C/IRMS analysis	Pages 100 to 10
Isotopic ratio analysis data: Negative aliquot and Sample B995474 for each fraction	Pages 102 to 12 Pages 122 to 12
Result form	1 ages 122 to 12
Data on instrument performances	Pages 124 to 13
SECTION 3 : Certificate of analysis n°28541	pages 135-136
ANNEXES	pages 137-139
ATMORES	
Comments from Dr Douwe de Boer	Pages 137 to 13
Comments from Dr. Douwe de Boer	Page 139
List of the requests from Dr. Douwe de Boer	. 5



Echantillons / Doc.

	U LABORATOIRE NA nent les PV et cette fiche d		
	·		1720
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	ecio ayant effectue les pr		. 1
Nom/Prénom (en lettres	s majuscules) :BDRJ	DABERRY	berard
Adresse:	v Vlian		
64.540	illa de hos		05.55.5.1.1.6.00
Ideotification des cont	<u>rôles:</u> En cor	mpétitioo 🔲]	Hors Compétition
	ligenté par une D.R.J.S.:		uī laquelle:
Fédération:	?C VC1	Gulston.	
Nom de l'épreuve :	Tom an Fran	-0'17'ele	السلا
Lieu: MOK Z	LWE	Date :	2/07/06
No prélèvements :			
MOFO	MOFO	мон	MOFC
BUR994179	BUR99S474	BUR994	178
☐Urine ☐Sang ☐Sérum	☐Urine □Sang □Sérum	UUrine □Sang □Sa	
MOFO	M O FO	МОН	мо г
DV De De			SW: Do Do
☐Urine ☐Sang ☐Sérum M ☐ F☐	Urine □Sang □Sérum M □ F□	☐Urine ☐Sang ☐Se M ☐ H	
□Urine □Sang □Sêrum	□Urine □Sang □Sérum	☐Urine ☐Sang ☐S	rum Urine OSang OSér
Commentaires:			
Traçabilité de la chaîne	du froid:		
Trajet : Lieu de prélèvemen			°C © -20°C \
Stockage sur le lieu de colle	ecte :	Ambiant □ +4	°C⊠ -20°C □
	sse où s'est effectue l'enle		
Dénomination (Domici	ile/cabinet/laboratoire): الأسمال : (ا	2CB 14JO
Adresse: Vou	de + Jame		
***************************************	1-107/2-	••••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •
Enlèvement effectué le	: 20/07/06		
Reçu au LNDD le :	2 0 200 2000		
Version du 17/11/2005	- v Juil, Zun		USADA 0227

USADA 0227

BERURGERS-VERBAL DE CONTRÔLE ANTIDOPAGE / DOPING CONTROL FORM CONFIDENTIEL! / CONFIDENTIAL!
Digital Single General Companies Com
Direction regionals Planesse
Federation - Discipline / Sport Internationale Federation - Discipline / Sport Nationale Lagering solution - Discipline / Sport Nationale Cabine medicas Cabine medicas Copyright Cabine medicas Copyright Cabine medicas Copyright Cabine medicas Copyright Cabine medicas Cabine med
Vous ates convoque(e) a un contrôle a ntidopage (Ayou are hereby summoned to appear for doping test Date / Date :
Nom et signature du Délèqué Fedéra / Name end gnature du rederel Délegate **Prom et prénom du médacin / Name of doctor ** **Signature du Médecin d' (en toutes lettres) ** **Comparison du médacin / Name of doctor ** **Signature of Doctor ** **Signature of Doctor ** **Réalisation du controle / Lest completion
Echantillons A et B / Samples A end B Code Flacon Jet container) nº / bottle Code BUR995474 BUR995474 Densita / Specific B
Echantillon d'urine insufficient urine sample
Medicaments / Drugs 18-001 NON Decomment / Drugs declared to have been recently used: (éventuellement nom du médecin prescripteur)
Confirmation / Cognition (Cognition of Cognition of Cogni
Signature du Mêdecin : Signature of Doctor : USADA 0228 USADA 0228 ompleire destiné au Laboratuire National de Dépistage du dopage - 143, avenue Roger-Saleogra - 92290 Châteney-Melabry - 141; 01 46 60 28 69

Codification: E-AR-02 LNDD ENREGISTREMENT Version: C Date: 28/06/2005 1/1 ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS sans document de livraison

Cas d'un TRANSPORT AU LABORATOIRE par chauffeur sans document de livraison

Orgaoisme :	UCI	
Epreuve et lieu :	17° Eliqu	
Date du contrôle :	20107/06	

Nombre total d'échantillons reçus :

Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon	Code du flacon
904 069			O de da micon
294180			
270 145			
994 178			
295 476			
270 141			
994 179			
			149986
			149976/
	 		
	<u> </u>		

Commentaires:

1--54

P-99 427

Saug a: 11'C

RECEPTION	N AU	LABOR	ATOIRE

TRANSPORTEUR

Date et heure:	20-07-06	9 H3S
Nom: RAHA	ett.	

Signature:

Nom: SI MONET!

Signature:

Cachet:

LABORATOIRE NATIONAL DE DEPISTAGE DU DOPAGE

143. av. Roger Salengro 92290 CHATE NAY-MALABRY

Tél.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17

Tél.: 01 46 60 28 69 - Fax: 01 46 60 30 17



ACCUSE DE RECEPTION DE PRELEVEMENTS	
Du Docteur : BORDABERRY, Gérard du 20/07/2006	<u>-</u>
Transporteur: DYNAPOST	
to du Bordereau d'expédition :	
Date Réception des prélévements : 20/07/2006 Des Documents : 20/07/	20 0 6
Organisme : Cyclisme (UCI)	
preuve et Lieu: TDF 2006 étape n°17 à Morzine	
Nombre total d'échantillons recus : 3 A + 3 B	
lumèro(s) des échantillon(s) :	
994178 994179 995474	
Numéro(s) Laboratoire attribué(s): 178/07	
Commentaires :	

Adeline MOLINA-PAUL Responsable Logistique

DRJS:



email direction LNDD

De:

Varin Christian - UCI [christian, varin@uci.ch]

Envoyé:

lundi 31 juillet 2006 17:41

À:

email direction LNDD

Objet:

échantillon 995474

Importance: Haute

Cher Dr. De Ceaurriz,

Conformément à l'article 191 du règlement antidopage de l'UCI, la demande de contre analyse peut être faite par la commission antidopage de l'UCI.

Nous vous serions reconnaissants de bien vouloir nous proposer plusieurs dates pour mener à bien la contre analyse de l'échantillon n°995474, prélevé lors du Tour de France 2006.

Dans l'attente de vos promptes nouvelles, nous vous adressons, cher Dr. De Ceaurriz, nos meilleures salutations!

Christian Varin Manager Antidopage / Antidoping Manager Union Cycliste Internationale CH - 1860 Aigle

Tél: +41-24.468.58.11 Fax: +41-24.468.58.12

www.uci.ch

IMPORTANT NOTICE:

This message contains confidential information and is intended only for the individual named herein. If you are not the herein named addressee you should not disseminate, distribute copy or otherwise make use of this e-mail. Please notify the sender immediately by e-mail if you have received this e-mail by mistake, and delete this e-mail from your system.

Orange vous informe que cet e-mail a été contrôlé par l'anti-virus mail. Aucun virus connu à ce jour par nos services n'a été détecté.



TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur :

Destinataire:

C. VARIN

J. de CEAURRIZ

Directeur du Laboratoire National de

Dépistage du Dopage

Organisme:

UCI

Tél: +33 (0) 1.46.60,28.69

Fax: +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail: direction@Indd.com

Fax: 00.41.24.468.59.14

Nombre de pages y compris celle-ci: 1

Monsieur,

En répanse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vaus proposons que la cantre-analyse concernant l'échantillen n° 995474 (rapport d'onalyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 ooût 2006
- Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 goût 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit lo venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif...)

L'opération de contre-onalyse débutera à 9h00 au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue.

Nous vous prions de bien vouloir nous adresser avant la contre-analyse un chèque de 245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-analyse.

Cordiales salutations.

J, de CHAURRIZ

143, avenue Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry

Téléphone: + 33 (0)1 46 60 28 69 - Télécopie: +33 (0)1 46 60 30 17 - e-r.

ED A NICE USADA 0232

HP LaserJet 3100 Imprimante/Télécopieur/Copieur/Scanner ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour HP LaserJet 3100 545454545454545 31-Jul-06 18:23

Tac	Heure début	Util.	No tél. ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
825	31/ 7 18:23	0'31"	+41 24 468 59 14	Envoi	1/ 1	EC144	Terminé

Total

0'31"

Pages envoyées: 1

Pages imprimées: O



Châtenoy-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur : <u>Destinataire</u> : C. VARIN J. de CÉAURRIZ Directeur du Laborataire National de Organisme: Dépistage du Dopage UCI Tél: +33 (0) 1.46.60.28.69 Fox: 00.41.24,468,59,14 Fex: +33 (0) 1.46.60.30.17 e-mail: direction@indd.com

Nombre de pages y compris celle-ci : 1

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, nous vous proposons que la contre-analyse concernant l'échantillon n° 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ait lieu le :

- Jeudi 03, vendredi 04 et somedi 05 aolit 2006
- Mercredi 23, Jeudi 24 et vendredi 25 août 2006
- Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 8 septembre 2006

Selon le règlement de l'AMA, une personne indépendante du laboratoire (le témoin) doit assister à l'ouverture du scellé de l'échantillon B. Afin de prendre les dispositions nécessaires le cas échéant, je vous remercie de nous informer si votre fédération prévoit la venue d'un représentant (expert, médecin, représentant du sportif_)

L'opération de contre-analyse débuters à <u>9400</u> au Laboratoire National de Dépistage du Dopage à la date retenue. Nous vous prions de bien vouloir nous adresser <u>grant la contre-analysi</u>e un châque de

245 € correspondant aux charges de la contre-analyse (référence de l'échantillon à inscrire derrière le chèque). Une facture sera alors émise après la contre-chalyse. Agreed

Condiales salutations,

143, avenue Roger Salengro - 92290 Chiteray-Malabry - FRANCE Täidebons : 9 35 (0): 46 60 28 69 - Täätousic : 433 (0): 46 60 30 17 - e-anti) : direction®

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@indd.com]

Envoyé: lundi 31 juillet 2006 18:28

À: 'christian.varin@uci.ch'

Objet: Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse n°178/07-1):

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006 Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006 Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEAURRIZ



Châtenay-Malabry, le 31 juillet 2006

TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur: Destinataire:

Jacques de CEAURRIZ

Directeur du Laboratoire National de

Dépistage du Dopage

Tél: +33 (0) 1.46.60,28.69

Fax: +33 (0) 1.46.60,30.17

e-mail: direction@Indd.cam

M. DAUTRY ~ Secrétaire Général

Organisme:

CPLD

Fax:

01.40.62.76.85

Nombre de pages y compris celle-ci: 3

Mansieur le Secrétaire Général,

Je vous prie de bien vaulair trouver ci-joint l'e-mail de l'UCI demandant une cantre-analyse sur l'échantillan B 995474 (rapport d'analyse n° 178/07-1) ainsi que natre propasition de date.

Je vous prie de recevair, Mansieur le Secrétaire Général, mes cardiales salutations.

J. de CE TURRIZ

ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour HP LaserJet 3100 54545454545454545 1-Ac0-06 9:06

Tac	Heure	e début	Util.	No tél.	ou ID	Type	Pages	Mode	Etat
832	1/8	9:06	0'52"		0140627685	Envoi	3/ 3	EC144	Terminé
		Total	0'52"	Pages	envoyées: 3	Pages imp	rimée	s: 0	

Châtenoy-Malabry, le 31 juillet 2006 TRANSMISSION DE TELECOPTE Expéditeur : Destinataine : Jacques de CEAURRIZ M. DAUTRY - Secrétaire Général Directeur du Laboratoire National de Organisme: Dépistage du Dopage CPLD. T&: +33 (0) 1.46.60.28.69
Fax: +33 (0) 1.46.60.30.17
s-mail: direction@ladd.com Fax: 01.40.62.76,85 Nombre de pages y compris celle-ci : 3 Monsieur le Secrétaire Général, Je vous prie de bien vouloir trouver ci-joint l'e-mail de l'UCI demandant une contre-analyse sur Féchantillon B 995474 (rapport d'analyse n° 176/07-1) ainsi que notre proposition de date. Je vous prie de recevoir, Monsieur le Secrétaire Général, mes cordiales saluta-

143, avenue Ruger Salengro - 92290 Chiteray-Malabry - PRANCE: at : + 33 (3): 44 60 24 69 - Tolompic : + 73 (9): 46 60 30 17 - n-mail : direction@in



VIA FACSIMILE

July 31, 2006

Christian Varin, Manager Anti-Doping Services Union Cycliste International Ch 1860 Aigle Switzerland

J. de Ceauriz, Director Laboratoire National de Depistage du Dopage 143, avenue Roger Salengro 92290 Chatenay-Malabry FRANCE

Board of Directors

UCI File No. 29/06 RE:

Rolph W. Hale, MD Chair

Tour de France, July 20, 2006 Floyd Landis - Sample #995474

Richard W. Cohen, M.D. Vice Choir

Gentlemen:

Barry Axelrod

Treasurer

l am in receipt of the letter from UCI dated July 31, 2006, and the letter of today from the Mr. Landis requesting the B sample openiog and analysis.

Kate Hendrickson Barg CHMM

Secretory

Evelyn Ashford

I am writing to confirm that the B sample opening and analysis of sample #995474 will begin on Thursday, August 3, and conclude on Saturday, August 5, 2006. USADA understands that that the B sample confirmation will include the testosterone/epitestosterone analysis and the carbon isotope ratio analysis.

Lawrence Brown, Jr., M.D. MPH

jean Faurcroy, MD, PhD, MPH

Andrew Mecca, Dr PH, MPH

Annette Solmeen, DPhil

Additionally, the athlete will be represented by Mr. José M. Buxeda and Dr. Douwe de Boer. USADA will also have a representative, Ms. Caroline Hatton, attend the B sample opening and analysis.

If you have any questions or concerns about this matter, please do not hesitate to contact me.

Sincerely,

General Counsel

çc;

Sean Petty, USA Cycling (w/o encls.) Gary Johansen, USOC Deputy General Counsel Jim Scherr, USOC Chief Executive Officer

Mr. José M. Buxeda & Mr. Luis Sanz Hernández, Counsel for Mr. Landis

United States Anti-Doping Agency

1330 Quail Lake Loop, Suite 260, Colorado Springs, CO 80906 ■ Tet: 719.785.2000 ■ Fax: 719.785.2001 usada@usantidoping.org www.usantidoping.org



Facsimile Cover Sheet

To:

Christian Varin, UCI

J. de Ceaurriz

Fax: 41 24 468 58 12

Fax: 33 1 46 60 30 17

From: Travis T. Tygart

Company: U.S. Anti-Doping Agency

Address: 1330 Quail Lake Loop, Suite 260

Colorado Springs, Colorado 80906-4651 USA

Direct: +719-785-2032 Fax: +719-785-2001

e-mail:

Date: 7/31/2006

Re: UCl File No. 29/06

Tour de France, July 20, 2006 Floyd Landis - Sample #995474 Pages (including this cover page):

16

Comments:

CONFIDENTIALITY NOTICE

The information contained in this facsimile transmittal sheet and document(s) that follow are for the exclusive use of the addressee and may contain confidential, privileged and non-disclosable information. If the recipient of this facsimile is not the addressee, or a person responsible for delivering this facsimile to the addressee, such recipient is strictly prohibited from reading, photocopying, distributing or otherwise using this facsimile transmission, or its contents, in any way. If the recipient has received this facsimile transmission in error, please call us immediately and return the facsimile transmission to us via the United States Postal Service. Thank you.

FLOYD LANDIS

1. To:

USA CYCLING
To Mr Steve Johnson
By fax: + 1 719 785 2028 / + 1 719 866 4628

- 2. Copy:
- (i) INTERNACIONAL CYCLING UNION (UCI)
 To Mr Christian Verin
 By fax: + 41 24 468 5812
- (ii) USADA To Mr Travis Tygart By fax: +1719 785 2001
- (iii) LNDD Laboratoire National de Dépistage du Dopage To Mr Jacques de Coaurriz By fax: 4-33 1 4660 3017
- (iv) PHONAK HEARING SYSTEMS To Mrs Moniks Zuerchel By fax: + 41 55 2547011

31st July 2006

Dear Sits:

I have received on the 26th July from my team PHONAK HEARING SYSTEMS copy of a letter sent by UCI that same day concerning my testing positive (T/E) in the Tour de France on the stage of the 20th July.

By means of this letter:

- Lormally require the B sample analysis, in accordance with articles 191 and following of the Anti-Doping Rules (ADR).
- (ii) I appoint as my legal representatives, Mr Luis Sanz Hernández and Mr José Me Buxeda Maisterra, Inwyers in Madrid (Spain). I request that any formal communication concerning this issue is sent to the latter (Mr José Me Buxeda, MASONS BUXEDA MENCHEN ABOGADOS, calle José Ortega y Gasset, no 29, 28006 Madrid, T +34-914363325, F +34-914363329, e-mail: im.huxeda@mbm-abogados.com). According to article 198 ADR, they will attend the opening of sample B.
- (iii) I appoint as the expert that will attend the sample B analysis on my behalf. Dr Douwe de Boer, Department of Clinical Chemistry. University Hospital Masstricht.
- (iv) I require a copy of the complete analysis report for sample A that should be sent to my legal representatives as soon as possible.

(v) I require from the medical services at the UCI a thorough endocrinological study, to be carried out in a specialised medical center in Europe and the United States.

Yours sincerely, 31/2/06

Flovd Landis Licence 0020272 - UCI Code USA 19751014



TRANSMISSION DE TELECOPIE

Expéditeur:

<u>Destinataire</u>:

Jacques de CEAURRIZ

M. DAUTRY

Directeur du Laborataire National de

Organisme:

Dépistage du Dopage

CPLD

Tél: +33 (0) 1,46,60,28.69

Fax:

Fax: +33 (0) 1,46,60,30,17

01,40,62,76,85

e-mail: direction@Indd.com

Nambre de pages y campris celle-ci: 5

Monsieur,

Veuillez trouver ci-joint les demandes de contre-analyse relatives à l'échantillon n°995474B en provenance du Conseil de Floyd LANDIS et de l'Agence Antidopage Américaine.

Cette opération se déraulera du jeudi 3 août au samedi 5 août 2006.

Je vous prie de recevoir, Monsieur, mes cordiales salutations.

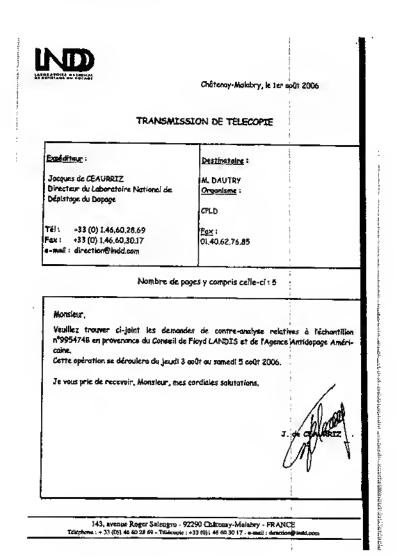
J. de CEAURRIZ

ENVOI RAPPORT CONFIRMATION pour HP LaserJet 3100 5454545454545455 1-Ao0-06 9:09

ac	Heure	début	Util.	No tél. ou IO	Туре	Pages	Mode	Etat
333	1/ 8	9:08	1 '21 "	01400	527685 Envoi	5/ 5	EC144	Terminé

Total 1'21" Pages envoyées: 5

Pages imprimées: 0



email direction LNDD

De:

Varin Christian - UCI [christian.varin@uci.ch]

Envoyé:

mardi 1 août 2006 09:51 email direction LNDD

A: Objet:

RE: Date contre-expertise echantillon n°995474

Cher Dr. De Ceaurriz,

nous nous référons à la communication de USADA confirmant que la contre analyse pourra avoir lieu jeudi, vendredi et samedi (3 au 5 août 2006)

pourriez-vous confirmer à toutes les parties que la contre analyse débutera à 9h00 précise?

l'UCI désignera Martial Saugy en qualité d'expert.

Bien cordialement!

Christian Varin

=

----- Message d'origine-----

De: email direction LNDD [mailto:direction@lndd.com]

Date: lum. 31/07/2006 18:28 A: Varin Christian - UCI

Objet : Date contre-expertise echantillon n°995474

En réponse à votre e-mail du 31 juillet 2006, veuillez trouver ci-joint les dates de la contre-expertise de l'échantillon n°995474 (rapport d'analyse $n^{\circ}178/07-1$) :

Jeudi 03, vendredi 04 et samedi 05 août 2006

Mercredi 23, jeudi 24 et vendredi 25 août 2006

Mercredi 06, jeudi 07 et vendredi 08 septembre 2006

Cordiales salutations

J. de CEAURRIZ

Orange vous informe que cet e-mail a ete controle par l'anti-virus mail. Aucun virus connu a ce jour par nos services n'a ete detecte.

email direction LNDD

De: Envoyé: D Boer de [DDB@lche.azm.nl] mardi 1 août 2006 16:57

À:

Direction@Indd.com

Cc:

servicioslegales_abogados@hotmail.com

Objet:

B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saterday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Visiting address:
Prof. Debyelaan 25
6229 HX Maastricht
Mail address:
PO Box 5800
6202 AZ Maastricht
The Netherlands
Phone: +31-43-3876696
Fax: +31-43-3874667
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

This email and any attachments may contain confidential or privileged information and is intended for the addressee only. If you are not the intended recipient, please immediately notify us by email or telephone and delete the original email and attachments without using, disseminating or reproducing its contents to anyone other than the intended recipient. The azM shall not be liable for the incorrect or incomplete transmission of this email or any attachments, nor for unauthorized use by its employees.

Orange vous informe que cet e-mail a ete controle par l'anti-virus mail. Aucun virus connu a ce jour par nos services n'a ete detecte.

18

Dr Douwe de Boer Department of Clinical Chemistry University Hospital Maastricht Maastricht, The Netherlands

tel: +31-43-3876696 fax: +31-43-3874667

e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

TELEFAX MESSAGE

To: Prof. Jacques de Ceaurriz

LNDD

Telefax number: +33-1-46 60 30 17

Subject: B-sample analysis

Date: 02-08-06

Number of pages: 2 (including front page)

Dear Prof. Ceaurriz.

Yesterday, I tried to send you an e-mail message which was returned without a successful delivery.

Today, I send you a copy of that message by fax.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer

D Boer de - B-sample analysis Landis

Page 1

Py LANDISOG u

Van:

D Boer de

Aan:

Direction@Indd.com

Datum:

01-08-06 16:56

Onderwerp:

B-sample analysis Landis

Dear Dr. de Ceaurriz,

This is to inform you that on thursday August 3, I will be present in your laboratory to witness a B-sample procedure regarding Landis. At the beginning of the B-sample procedure, a legal representative of Landis will confirm my mandate.

As far as I understood the procedure will start at 9:30 and will continue untill saterday August 5.

Because I did not receive through the representative of the athlete yet a copy of the Laboratory Documentation Package of the A-sample analysis, I would appreciate if you could make such a copy available at the beginning of the B-sample procedure.

With kind regards,

Dr Douwe de Boer
Department of Clinical Chemistry
University Hospital Maastricht
Visiting address:
Prof. Debyelaan 25
6229 HX Maastricht
Mail address:
PO Box 5800
6202 AZ Maastricht
The Netherlands
Phone: +31-43-3876696
Fax; +31-43-3874667
e-mail: ddb@klinchem.azm.nl

CC:

servicioslegales_abogados@hotmail.com

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@Indd.com]

Envoyé: mardi 1 août 2006 11:47

À: 'christian.varin@uci.ch'; 'usada@usantidoping.org'; 'im.buxeda@mbm-abogados.com'

Objet: Contre analyse Landis

This e-mail is to inform you that the counter-analysis of sample B 995474 will start on Thursday August 3 at 9 a.m in the LNDD and will conclude on Saturday, August 5, 2006. Please note that the athlete will be represented by Mr José M. BUXEDA and Dr Douwe de Boer, USADA by Caroline HATTDN and UCI by Dr Martial SAUGY.

Sincerely,

J. de CEAURRIZ

email direction LNDD

De: email direction LNDD [direction@indd.com]

Envoyé: mercredi 2 août 2006 10:08

À: 'ddb@lche.azm.nl'; 'ddb@klinchem.azm.nl'

Objet: Contre Analyse Landis

Dear Dr de BOER,

This e-mail is to inform you that the full taboratory documentation package of the A sample analysis is available and will be given to the experts at the beginning of the B-sample procedure.

With best regards,

J. de CEAURRIZ

		O VC di T OTI CO
LNDD	·ENREGISTREMENT	Codification: E-CE-03 Version: C
LIND	ENGEGIS I REMENT	Date: 11/04/2005
		1/1
	PROGRAMMATION D'UNE CONT	TRE-EXPERTISE
√° rapport concerné	: <u>17.8.10.7</u> 1	
N° d'échantillon con	cerné : 9 9 5 4 7 4	
Produit(s) soumis à l	l'analyse:	
T/E		***************************************
Date retenue pour l	tanalyse:/	03/04/05 all 2006
Département(s) conc	cerné(s):	
Pe	rsonnes concernées	Signatur#
	De Ceourniz	all laves
Analyste: Rudde Chef de départemen	z Barlagne	TELON .
Chef de départemen	t: Adjoint	
<u>.</u>	A Ajoint	Cenpolini penpolini
CDLT: Adie	oint Aurélie Loures	nt huge

Documents à fournir :

- E-CE-01 : Formulaire d'ouverture de l'échantillon B
- E-CE-02 : Remise sous scellé en cours de Contre-expertise
- E-CE-05 : Fiche de suivi de résultat d'une contre-expertise
- annexes des documents administratifs de la série de l'échantillon concerné
- dossier d'analyse positif
- courriers (demandes d'analyse et réponses)



August 3, 2006

We undersigned, Dr. Douwe De Boer and Mr Jose M. Boxeda, recognize to have received the full documentation package (207 pages) of sample A n° 995474 from the LNDD, Thursday August 3 2006, at the beginning of the procedure of counter-analysis of the corresponding B sample.

Dr. Douwe De Boer

Expert

Mr Luis Son3 Mr Jose M. Boxeda

Legal representative

	LNDL		ENREGISTREM	1ENT	Codification Version: C Date: 05/12	,	1
		F	ormulaire d'ouver	ture de l'échai	ntillan B		
De	emande faite p	oar : UN ADA	/DcI	Le(s):	31/6	01.1200	
		DK 1 2006	•		1	J /	
		es personnes p		legaliepos	ealest.		vcias us ADR
						100	esnesentatio co
de	om: CEARDZ	Monconer Centolini	Ferran Barlagne	MG - SON HI	Dey D. de	Boen	CAROLINE HATTE HARTIAL SAUG UCI EXPI
Si	gnature :	Mangangu	French	July 4	M)n	Bou	Agust Abatton
De	stockage du i	lacon A: Da	te: 03/.08/.06 I	Heure : .9 h.	1.2. Opérat	eur :	ζ
Des	stockage du 1	lacon B: Da	te :03/.08./.06 I	Heure : h.	1.2 Opérat	eur :1 S	••••••
Lie	eu de déstock	age: Chambi	re froide n°.5.				
			on B: -80°C □				
Sys	tème: Vers	apak 🗆 Berlin	ager 🛚 Autre 🗆	1	Nº B.9.9.	1474	
Nat	ture du milie	u biologique :	hine.		•••••		
Ide	ntification : (Conformité par	rapport au procès ve	erbal de contrôl	le antidopage	: Oui	Non □
Inte	égrité des sce	llés : Ou	i⊠ Non □				
Val	idation (Sign	atures):	lyatrepusalatne	٠ - ا		Vato	osada .
	Jahorato Jana Jana Jana Jana Jana Jana Jana Jan	Gran J			Bry.	Bayor	Matter /

USADA 0251

Codification: E-CE-01 LNDD **ENREGISTREMENT** Version: C Date: 05/12/2005 2/2 Formulaire d'ouverture de l'échantillou B

Ouverture:

Nº du flacon : B 99544

Volume: ..H.S...mL (approximativement)
(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

Validațion (Signatures): Layor representatives shortentes in this

Cet enregistrement est à archivé dans le dossier analytique de la contre expertise.

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-TE-05 A Version: B Date: 22/08/2005
	TRACABILITE DES FLACO	NS A ET B

Nº de Série : 178/07

Réception et Stockage avaot enregistremeot (si oécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure
V21	20/07/06 à 21h35		_

Stockage après enregistremeot:

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu
A	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR.1 (+4°C)
В	V21	20/07/2006 - 22h15	CH.FR3 (-20°C)

Chaîne de possessioo des flacons A:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raisoo du transfert
21/07/2006 -7h25	44	Salle 107	Destockage pour mise en tube EPO
21/07/2006 -8h10	44	Salle 107	Mise en tube EPO
21/07/2006 - 9h10 Mise en tube n°I	19	Salle 006	Mises en tube pour : ES02/ES02C - BBS/EPH ES03 - CD ES03B - LCH ES04/ES05 - H/MS2 ES06 - IMMUNO ES08B - COLORIMETRIE
21/07/2006 - 09H25	19	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage Stockage
22/07/2006 - 09h05	18	S. 103 (ambiant)	Mise à l'ambiant
22/07/2006 - 10h50	18	S. 103 (ambiant)	Mise en tube pour la confirmation T/E
22/07/2006 - 1 I h20	49	S. 104 (ambiant)	Mise en tube pour la confirmation IRMS
22/07/2006 - 12h45	18	CH.FR.1 (+4°C)	Stockage
23/07/2006 - 14h30	28	S. 103 (ambiant)	Mise à l'amhiant
23/07/2006 - 15h00	28	S. 103 (ambiant)	Re-Mise en tube pour la confirmation T/E
23/07/2006 - 17h00	28	CH.FR1 (+4°C)	Stockage
24/07/2006 - 08h20	18	CH.FR5 (-20°C)	Stockage

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

	TRACABILITE DES FLACO	Date: 22/08/2005 2/2
LNDD	ENREGISTREMENT	Codification: E-TE-05 A Version: B

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon 995474

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
28/07/2006 - 15h45	V08	CH.FR5 (-20°C)	Stockage
03/08/2006 - 9h12	18	Ambiant	Destockage pour décongélation
03/08/2006 - 11h03	26	S004 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC31
03/08/2006 - 11h05	23	S103 (Ambiant)	Mise en tube pour la confirmation EC24D
• • • •	Flacon vie	ie – pas de remise so	us scellé

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: **B**Date: 22/08/2005

1/3

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Nº de Série : 178/07

Chaîne de possession des aliquotes A: Echantillon 995474

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
21/07/2006 09h30	Aliquote ES02/ES02C	45	Préparation	
21/07/2006 18h44	Aliquote ES02	24 / 18	Analyse GC/MS sur MSD15	24 : Préparation appareil 18 : Lecture
22/07/2006 03h02	Aliquote ES02C	24 / 17	Analyse GC/MS sur MSD12	24 : Préparation appareil 17 : Lecture
21/07/2006 10h15	Aliquote ES03	22	Préparation	
21/07/2006 17h08	Aliquote ES03	20	Analyse HPLC/MS sur LCMS4	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 09h30	Aliquote ES03B	19	Préparation	
21/07/2006 16h55	Aliquote ES03B	19 / 27	Analyse HPLC/MS/MS sur LCQ2	19 : Préparation appareil 27 : Lecture
21/07/2006 09h40	Aliquote ES04/ES05	35	Préparation	
21/07/2006 19h36	Aliquote ES04	37 / 18	Analyse GC/MS sur MSD18	37 : Préparation appareil 18 : Lecture
21/07/2006 20h01	Aliquote ES05	18	Analyse GC/MS/MS sur Polaris l	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h59	Aliquote ES06	41	Analyse Immuno	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 10h30	Aliquote ES08B	16	Analyse PS	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 13h50	Aliquote ES08	16	Préparation	
22/07/2006 14h26	Aliquote ES08	16	Analyse GC/MS sur MSD21	Préparation appareil Lecture
21/07/2006 08h10	Aliquote ES07	44	Préparation	
23/07/2006 09h41	Aliquote ES07	44	Analyse EPO	USADA 0255

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

Version: B

Date: 22/08/2005

2/3

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
22/07/2006 10h50	Aliquote EC24D	18	Préparation	Confirmation GC/MS T/E
22/07/2006 18h02	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé
22/07/2006 18h33	Aliquote EC24D	18	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote non hydrolysé
22/07/2006 11h20	Aliquote EC31	49	Préparation	Confirmation IRMS
23/07/2006 11h33	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h42	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 13H47	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 14H33	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Dilution et 2 ^{ème} analyse GC/MS sur MSD22	
23/07/2006 12h24	Aliquote EC31 Fraction 3	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 13h56	Aliquote EC31 Fraction 1	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h25	Aliquote EC31 Fraction 2	49	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
23/07/2006 15h00	Aliquote EC24D	28	Préparation	2eme Confirmation T/E
24/07/2006 13h28	Aliquote EC24D	28	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

Chaîne de possession des alíquotes B:

Echantillon 995474

Date_	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h05	Aliquote EC24D	23	Préparation	Confirmation T/E
03/08/2006 19h45	Aliquote EC24D	23	Analyse GC/MS sur MSD20	Aliquote hydrolysé

USADA 0256

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-05B

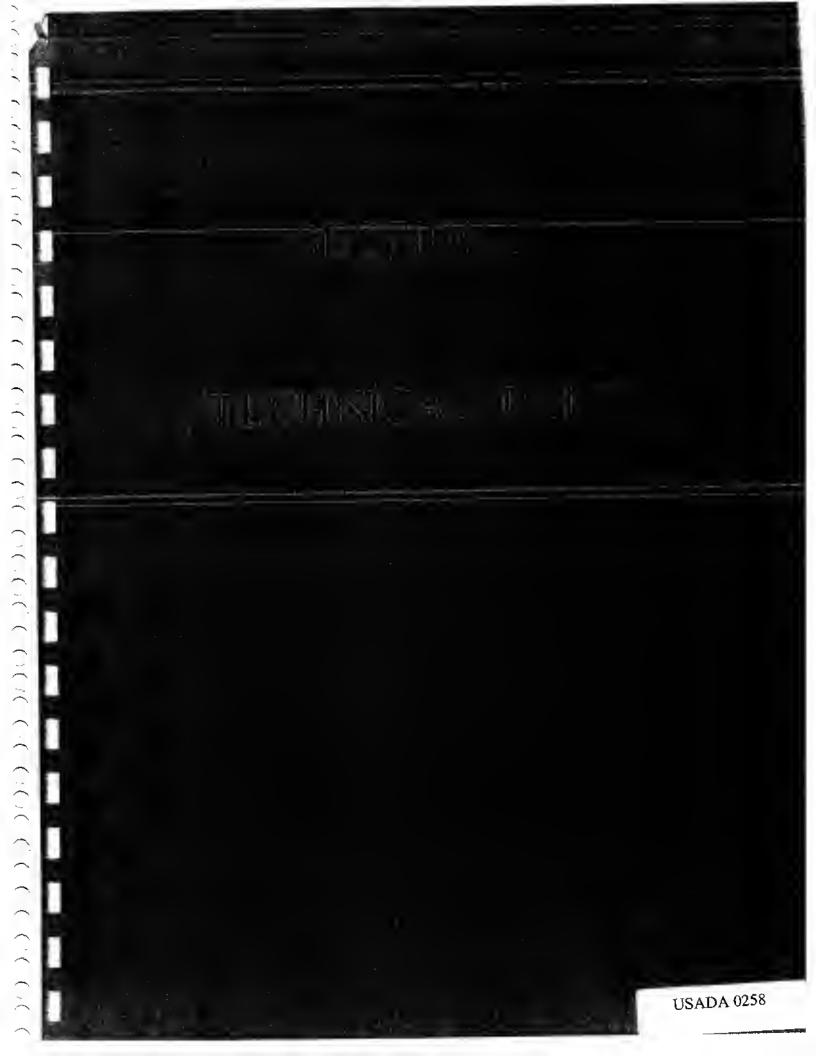
Version: B

Date: 22/08/2005

3/3

TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
03/08/2006 11h03	Aliquote EC31	26	Preparation	Confirmation IRMS
03/08/2006 13h54	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 14h59	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 16h03	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
03/08/2006 17h48	Aliquote EC31 Fraction 3	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 19h18	Aliquote EC31 Fraction 1	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime 1	
03/08/2006 20h47	Aliquote EC31 Fraction 2	26	Analyse GC/C/IRMS sur Isoprime'l	



USADA 0259

LNDD	ENREGIS	STREMENT	Code: Version:	E-RECAP-01 J
	Province DEC + DITTID	TIVE DES ANALYSES	Date:	09/06/2006
	FICHE RECAPITULA	TIVE DES ANALYSES	PRESENTEES	
N° de laboratoire :	178107	N° (échantillon :	335474
Produit(s) confirmé(s				
pH mesuré en conf			affichée en conf :	1,025
pri modera de vona	7.0		Réfractomètre n° :	2
		*]	Densité corrigée :	1.025.
	ः सुर्वा	1475 MARCHA	P	
Essai nº:		EC		
Mode opératoire de pre	éparation :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'ana		M-AN-	Version :	
CG/SM (SCAN)	CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3	
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV	
IMM	EPO	CG/C/IRMS	Cytométrie	
		. 語点機器與中心學與語句		
Essai n°:		EC 240		
Mode opératoire de pro	éparation :	M-EX- 04 B	Version :	E
Mode opératoire d'ana		M-AN- 27	Version :	
	CG/SM (SIM)		CG/SM (SCAN)	
CL/SM (SIM)	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV	
Concentration estim	ée: $T = 61, 7 mg/$	-1 / E = 5,7 mg/	TIE =	11
* Concentration corrig	sée: Tosto ! li	5 Fingland Er	i l 2 rato	
15 P. P. C.	· * tingston	\$4 (A) (M) (M)		
Essai nº:				<u></u>
Mode opératoire de pr			Version	
Mode opératoire d'ana		M-AN-	Version	
CG/TSD	CG/SM (SIM)		CG/SM (SCAN)	IMM L
Concentration mesu	rée:			
* Seuil corrigé :				
		THE COLUMN THE COLUMN THE	<u> </u>	ES06 - IMM
ES02 -BBS (CG-SM)		ES08 -HES (CG/SM)	<u>-</u>	=
ES02C -EPH (CG/SM		ES08B -PS	=	ES07 -EPO
ES03 -CD (CL/SM)		BB -LCH (CL/SM/SM)	=	ESS01 - HBOCs
ES04 -H (CG/SM)	ES	05 -MS2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS
ES03C -LCH (CL/SM				
Code opérateur de l'ar	nalyste: (23)	Code opérateur du	_	
Date et paraphe:	04/08/06	Date et paraphe:	On108106	•
	A CONTRACTOR OF THE PARTY OF TH		6000	m (f)
Hors portée d'accrédit	ation :		Quit-	
	cart de la déclaration er	hors portée :		

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

1/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Documents cités: E-TE-03A, M-P-05, I-EX-11, M-P-03B, I-TRAC-03A

Attention : les temps d'hydrolyse et de dérivation doivent impérativement être respectés. Remplir la fiche de préparation E-TE-03A

Tablean récapitulatif des étapes à réaliser en fonction de l'aliquote à traiter

Désignation	Lavage à l'ether étapes en gris clair	Hydrolyse	Extraction - évaporation - dérivation étapes en trait normal
Blane urinaire	*		*
Références	*		*
Aliquote échantillon	*	*	*
Aliquote échantillon sans hydrolyse			*
Cq urinaire			*

Opérations Descritors Legalite de la contraction de la contracti	Matériel Tube à vis (13*100) Pipette Biohit 1-5mL, cône	Réactifs et produits
Property Cambridge Transfer of	Dispensette Rolling	Diethylether (S06)
(Commission of the Commission	Centrifugeuse 4000tr/min Pipette Pasteur Poire de prélèvement	0 1 BEC. 2005
The property of the second second	Bain à sec	Azote
Trassand steen determine Adent dropped south	Becher ASSU	RANCE QUALITÉ LNDD
Prise d'essai = 2 mL	Tube échantillon Gilson (1) Pipette Biohit 1-5mL, cône	
Ajouter 50µL de S1	Pipette à poussée positive	17aMethyltestosterone

Cône eppendorf

(SI3-) à 4mg/L

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version : E

Date :01/12/2005 2/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

Ajouter la (ou les) substance(s) recherchée(s) dans le test de performance et les références Pipette à poussée positive Cône eppendorf

Ajuster à pH =7

Papier pH 0-14 Vortex Flacon compte gouttes K2CO3 et CH3COOH

Ajouter ImL de tampon pH = 6.5

Pipette Biohit 1-5mL, cône

Tampon pH=6.5 å +4°C (cf M-P-05)

Agiter

Vortex

Ajouter une goutte de betaglu dans l' aliquote échantillon à hydrolyser Compte gouttes

betaglucuronidase +4°C (b-glu) à

Boucher et agiter 1 sec

Vortex

Hydrolyser 60 min à 55°C

Etuve

Ç

Centrifuger 5 min

Centrifugeuse 4000tr/min

SPECIMEN

Extraire sur SPE GILSON selon I-EX-11 (application anabo)

Gilson

Cartouche SPE C18

Tube recueil Gilson (12.5* 100)

Transvaser les éluats

Tube à vis (13*100)

Evaporer environ 30 min

Bain à sec à 60°C, soufflettes

Azote

Dériver en tube fermé 20 min à 60°C avec 50µL de réactif H Bain à sec à 60°C Seringue Hamilton 100μL Réactif H2 (cf M-P-03B)

Conditionner en vial plastique préalablement identifiés selon I-TRAC-03A Vial plastique

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX-04B

Version: E

Date :01/12/2005

3/3

METHODE DE PREPARATION - CONFIRMATION DE LA TESTOSTERONE ET DE L'EPITESTOSTERONE

		Calculate to a fine a case of
Esther CERPOLINI	30/11/2005	Comini
Nathalie MECHIN	30/11/2005	fechin _
Aurélie LAURENT	01/12/2005	The state of the s
Jacques DE CEAURRIZ	01/12/2005	1000
	Nathalie MECHIN Aurélie LAURENT	Nathalie MECHIN 30/11/2005 Aurélie LAURENT 01/12/2005

NIO XV	Motif	Date
No Version		15/09/2003
B	Création du document.	10/09/2004
С	Révision biennale + - l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) ajout de I-CONF-24D et I-CONF-24E	
D	Suppression de I-CONF-24E	1g/04/2005
E	Ajout d'un synthèse pour clarifier les différentes étapes que doit subir le cq, le blanc urinaire l'aliquote ecbantillon	01/12/2005

SPECIMEN

- N'DD		 	ENREGIS	STREMENT		,			v	ersion					
LNDD			VI DES ALIQUO		CONFID	MATIO	\$7C0	NTRE	EXPI	ate:					
				_	Mode o	nératoi	e d'ex	ctract	ion :		M - E	¥-	04	B	
Echantil	lion :		395 47	<u> </u>			/aleu		_			Par	aphe		
Dat	te	Арр	areil	Température	_	 		18	licc	\dashv		4			7
03/08/0	06.	Hmet n°:	7	21,8	<u>-</u>	+				-		2	1		\neg
03/08/6	06	Refract no	2			*150,777,#1111.550	1,	025				<u> </u>			
4 HILLOND			116-3	03/08/06		Heur	e de	mise	à l'an	nbian	ut: [9	41	2	
		. Г	l'échantillon 2	—- <u>1</u>	——! Heure				_	_		- raphe	:: €	1	
Prise d'e	essai ri		Densité	Facteur de	dilution	\neg	Vol	(en	mL)		Vol 6	au aj	outé	(en i	mL)
		Donneur	Densite	1/イ			2.	en (l				
Echan		335.30	1 0 22	1/1			2	141 {				_			
Bla	nc	45	1,022	1/ 31		iume pi	_	_	Ĺ	Cor	c ref	dans	PE e	1 44	/mL
			- , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	Cara cal mar		2 3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
Substan	ice (TP,	REF, SI)	Code sol ref	Conc sol rei	50	-	+ -	Ť	-	100					
SI: M	ethyl	testostrau	513-0467	4 mg/L	╀╩┼	-	1								
<u></u> ,	a. 0.		1,4,3,4035.0	100	4					2		<u> </u>	 	1_	$\downarrow \downarrow \downarrow$
Test	toster	elul	H7-032-1.1	1 11 1	14					2	<u> </u>	-	-	-	├ -
type	ilst b	Strail_	n+-0,2	3/4						<u> </u>	-	 -	+	-	-
-Ca. +	F., F.	** 0	H10-034-1	10mg/+1	6			1	-	30	1	-	+	-	1-1
I	teras		H7-033-1.1	1 44 11	10		<u> </u>	-	-	5		+-	+	+-	+
700	antio	CALCHAR	H10-035	100 m/rl	3,6			┼-		18 (+	- 	 '
Enn	testos	trace	H7.032.2	10 00 101	6			+	+-	30	_	+	+-	+-	+
	taster		H10-034	100 44 /41	7,2				╄	361		+		+	+
	iterto		H7-033-2	10m 1-1	12		+		-	60	-		+	╅╸	
				- 11	1_										
Oné	ration	Date	Heure début	Récupéré a	I	dentific	ation	du n	natéri	el ut	ilisé	-	P	araph	<u>e</u>
	vage		11445		-			_				-		7	
		1 4 - 4	12430			àsec	n°:	a f	rgi	<u>d_</u>				\perp	
	oration		-		T (°			_				1		1	
Incu	bation		121112			e tampe	nn ·	113	070	6- c	7-	1		~	
	eàpH_	03/08/06	13405	A A STATE OF THE STATE OF		enzym					-		19	3	
Hyd	irolyse	03/08/06	13410	14410								_	7		
 		+	+			NHAC	H :							١	
Extr	raction	100/4-	14H20	15K25	RT	47°°∶	4								
		03/08/06		 	Gil	on n°:	1					\dashv		1	T^{-}
Stor	ckage				- Lie	_						-+		Ha	
-	poration	03/08/00	15430	16 400	- Bai	n à sec	n°:	17	<u>-</u> _				4	Z	<i>)</i>
Eval	Poracion				Dé	rivatio	n 1							$\overline{}$	
						n à sec		75				1			
						cro end de ou d	ic In de	réac	tif l	10	Joe l	, l			
Dér	rivation	03/02/06	16H05	1642		rivatio					1-016	· · ·			
						in à sec								-{	
						n réacti								<u>ر</u> _	
						jarà se									
Eva	poration)		Sugar Section (1985)										/	
R	eprise		4	V 1 4 5 5	<u> </u>					_			7		
Sto	ockage				Li	eu:		_					<u>. </u>		

dlu ; date limite d'utilisation

TOPLEVEL PARAMETERS

Method Information For: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Method Sections To Run:

(X) Save Copy of Method With Data

() Pre-Run Cmd/Macro =

(X) Data Acquisition

(X) Data Analysis

() Post-Run Cmd/Macro =

Method Comments:

Quantification du rapport Testosterone /Epitestosterone MSD20 injection en split

> END OF TOPLEVEL PARAMETERS ------

INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

Sample Inlet: GC Injection Source: GC ALS Mass Spectrometer: Enabled

6890 GC METHOD

OVEN

Maximum temp: 325 'C Initial temp: 160 'C (On) Equilibration time: 0.50 min Initial time: 0.00 min

Ramps:

Rate Final temp Final time

1 4.00 255 0.00 2 30.00 300 2.75

3 0.0(Off) Post temp: 0 'C

Post time: 0.00 min Run time: 28.00 min

FRONT INLET (UNKNOWN)

BACK INLET ()

Mode: Split

Initial temp: 280 'C (On) Pressure: 170.0 kPa (On) Split ratio: 12.1:1 Split flow: 11.3 mL/min

Total flow: 14.8 mL/min

Gas saver: Off Gas type: Helium

COLUMN 2 COLUMN 1

Thu Aug 03 14:52:27 2006 Method: MAN27.M

Page:1

```
Capillary Column
    Model Number: Agilent 19091Z-002
    HP-1, 0.2mm * 25m * 0.11um
    Max temperature: 350 'C
    Nominal length: 25.0 m
    Nominal diameter: 200.00 um
    Nominal film thickness: 0.11 um
    Mode: constant pressure
    Pressure: 170.0 kPa
    Nominal initial flow: 0.9 mL/min
    Average velocity: 40 cm/sec
    Inlet: Front Inlet
     Outlet: MSD
     Outlet pressure: vacuum
                                         BACK DETECTOR (NO DET)
  FRONT DETECTOR (NO DET)
                                         SIGNAL 2
signal 1
                                            Data rate: 20 Hz
     Data rate: 20 Hz
                                            Type: test plot
     Type: test plot
                                            Save Data: Off
     Save Data: Off
                                            Zero: 0.0 (Off)
     Zero: 0.0 (Off)
                                            Range: 0
     Range: 0
                                            Fast Peaks: Off
     Fast Peaks: Off
                                            Attenuation: 0
     Attenuation: 0
                                          COLUMN COMP 2
                                             (No Detectors Installed)
  COLUMN COMP 1
     (No Detectors Installed)
  THERMAL AUX 2
     Use: MSD Transfer Line Heater
     Description: Interface
     Initial temp: 280 'C (On)
     Initial time: 0.00 min
         # Rate Final temp Final time
             0.0(Off)
                                           POST RUN
                                              Post Time: 0.00 min
                                               Parameter & Setpoint
   TIME TABLE
                 Specifier
      Time
                                 7673 Injector
        Front Injector:
                                         0
            Sample Washes
            Sample Pumps
                                      2.0 microliters
            Injection Volume
                                      10.0 microliters
            Syringe Size
                                          3
            PostInj Solvent A Washes
                                          3
            PostInj Solvent B Washes
                                         0 seconds
            Viscosity Delay
                                       Fast
            Plunger Speed
                                       0.00 minutes
            PreInjection Dwell
                                       0.00 minutes
            PostInjection Dwell
         Back Injector:
    No parameters specified
                                    MS ACQUISITION PARAMETERS
```

(not installed)

General Information _____ Tune File : atune.u Acquistion Mode : SIM MS Information __ _____ : 2.50 min Solvent Delay : False EM Absolute EM Offset : 400 Resulting EM Voltage : 1752.9 EM Offset [Sim Parameters] GROUP 1 : 1 . Group ID : Low Resolution : 301.3 Ions/Dwell In Group (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (Mass, Dwell) (209.3, 50) (301.3, 50) (327.3, 50) (341.3, 50) (417.3, 50) (431.3, 50) (432.4, 50) (446.4, 50) (522.5, 50) [MSZones] : 150 C maximum 200 C MS Quad : 230 C maximum 250 C MS Source

END OF MS ACQUISITION PARAMETERS

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination Screen: No Printer: Yes

Method: MAN27.M

Thu Aug 03 14:52:27 2006

Page:3 39

```
File:
          No
 Integration Events: AutoIntegrate
 Generate Report During Run Method: No
 Signal Correlation Window: 0.020
  Quantitative Report Settings
  Report Type: Summary
  Output Destination
     Screen: Yes
     Printer: No
     File: No
Generate Report During Run Method: No
  Quanti T/E
  Calibration Last Updated: Thu Aug 03 09:24:50 2006
  Reference Window: 2.00 Minutes
  Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
   Default Multiplier: 1.00
  Default Sample Concentration: 0.00
   Compound Information
   -----
                                            (ISTD TR)

    Methyltestosterone

   Ret. Time 20.90 min., Extract & Integrate from 20.40 to 21.40 min.
Lvl ID Conc (ng/mL) Response
                    4741732
            100.000
                       3738708
  2
            100.000
                       4816134
            100.000
       ISTD conc: 100.000 ng/mL
   ------
    Epitestosterone
    Ret. Time 18.49 min., Extract & Integrate from 17.99 to 18.99 min.
           Conc (ng/mL) Response
    Lvl ID
                       129729
              5.000
                        534747
              30.000
    2
              60.000
                        1904191
   Curve Fit: Linear, forced through origin
                                                            Page:40
                           Thu Aug 03 14:52:27 2006
    Method: MAN27.M
```

DATA ANALYSIS PARAMETERS

Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M

Percent Report Settings

Sort By: Signal

Output Destination

Screen: No Printer: Yes File: No

Integration Events: AutoIntegrate

Generate Report During Run Method: No

Signal Correlation Window: 0.020

Qualitative Report Settings

Peak Location of Unknown: Apex

Library to Search Minimum Quality

DEMO.L

Integration Events: AutoIntegrate

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: No Printer: Yes File: No

Generate Report During Run Method: No

Quantitative Report Settings

Report Type: Summary

Output Destination

Screen: Yes printer: No File: No

Generate Report During Run Method: No

Method: MAN27.M Fri Aug 04 07:32:57 2006

Page: 41

```
Quantification du rapport T/E
Calibration Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006
Reference Window: 2.00 Minutes
Non-Reference Window: 1.00 Minutes
Correlation Window: 0.10 minutes
Default Multiplier: 1.00
Default Sample Concentration: 0.00
Compound Information
                                              (ISTD TR)
 1) Methyltestosterone
Ret. Time 20.91 min., Extract & Integrate from 20.41 to 21.41 min.
 Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel)
                                          Integration
                                           man27.e
 Tgt 301.30
        Conc (ng/mL) Response
 Lvl ID
          100.000 3782021
100.000 3011193
100.000 3783290
 Qualifier Peak Analysis ON ISTD conc: 100.000 ng/mL
 Curve Fit: Linear
                                                ( )
 Epitestosterone
 Ret. Time 18.50 min., Extract & Integrate from 18.00 to 19.00 min.
 Signal Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration
 Tgt 432.40
 Lvl ID Conc (ng/mL) Response
          5.000 294592
 1
             30.000 1324358
60.000 3442296
                        1324358
  Qualifier Peak Analysis ON
 Curve Fit: Linear
                                                 (TR)
  Testosterone
  Ret. Time 19.30 min., Extract & Integrate from 18.80 to 19.80 min.
             Rel Resp. Pct. Unc. (rel) Integration man27.e
  Signal
  Tgt 432.40
  Lvl ID Conc (ng/mL) Response
            30.000 1845917
180.000 7860237
360.000 20557109
  1
  3
   Qualifier Peak Analysis ON
                                                                  Page: 42
                           Fri Aug 04 07:32:57 2006
  Method: MAN27.M
```

Curve Fit: Linear

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 07:32:57 2006

Sequence Name: D:\MSDCHEM\1\SEQUENCE\0308.S Comment:

Operator: 23

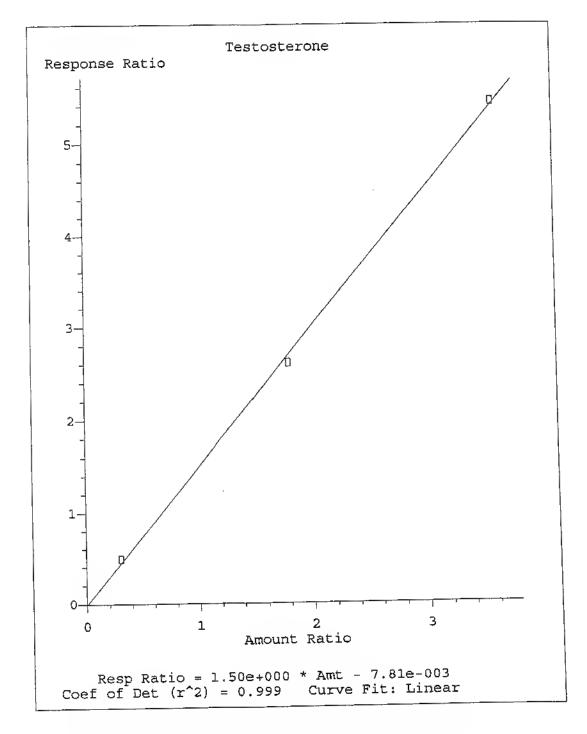
Data Path: D:\Msd20\aout06\0308\

Pre-Seq Cmd: Post-Seq Cmd:

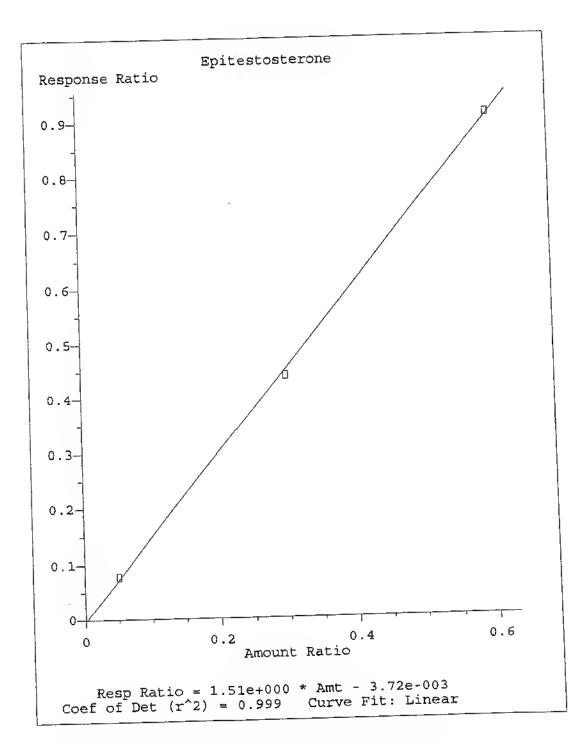
On A Barcode Mismatch Method Sections To Run
(X) Full Method (X) Inject Anyway () Don't Inject () Reprocessing Only

Line Type	Vial DataFile Method	Sample Name
1 Sample 2 Sample 3 Sample 4 Sample 5 Sample 6 Sample 7 Sample 8 Sample 9 Sample 10 Sample 11 Sample 12 Sample 13 Sample	1 R1 MAN27 2 TPTE MAN27 1 R2 MAN27 3 BLUTE MAN27 4 1780774A MAN27 5 1780774B MAN27 6 1780774C MAN27 7 1780774S MAN27 1 R3 MAN27 1 R3 MAN27 8 BLURTE MAN27 9 REF1TE MAN27 10 REF2TE MAN27 11 REF3TE MAN27 12 CQTE MAN27	itms TP TE 2 itms BLU TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 TE B 178/07 995474 SSh TE itms BLU TE BLU + T30 E5 BLU + T180 E30 BLU + T360 E60 CQ TE 001

Séquence vérifiée par :
Remarques:



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006



Method Name: D:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN27.M Calibration Table Last Updated: Fri Aug 04 07:32:46 2006

File: D:\Msd20\aout06\0308\BLUTE.D 23

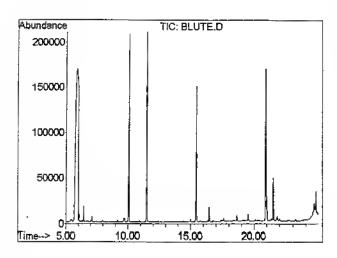
Operator:

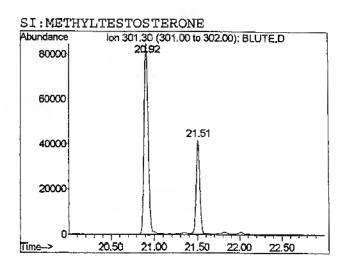
Date Acquired: 3 Aug 2006 18:12

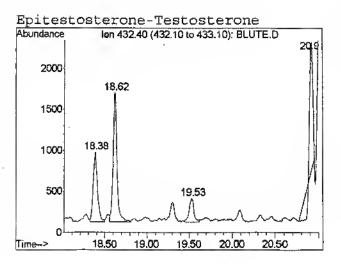
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: BLU TE

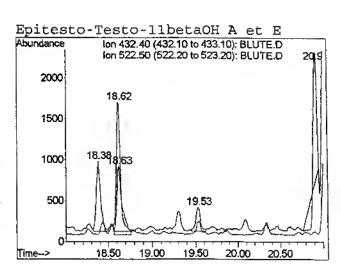
Misc Info:

Vial Number : 3









File: D:\Msd20\aout06\0308\BLURTE.D

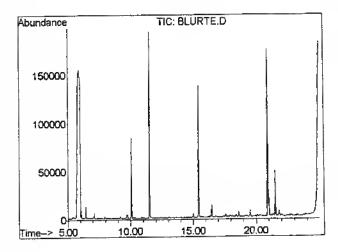
Operator: 23

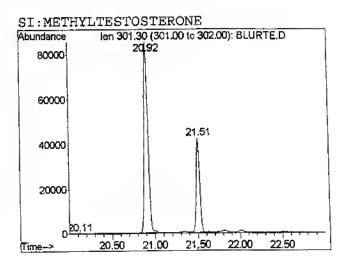
Date Acquired: 3 Aug 2006 21:18

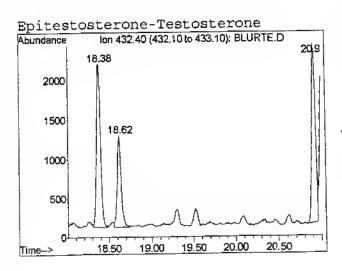
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: BLU TE

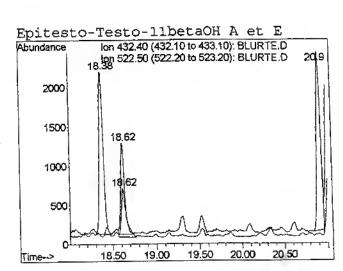
Misc Info:

Vial Number : 8









File: D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D

Operator: 23

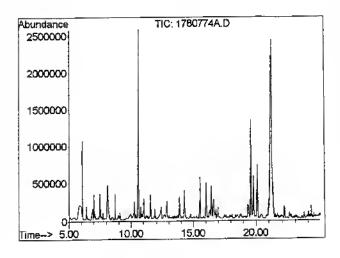
Date Acquired: 3 Aug 2006 18:43

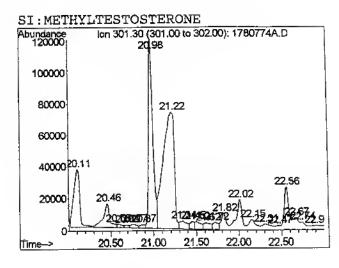
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

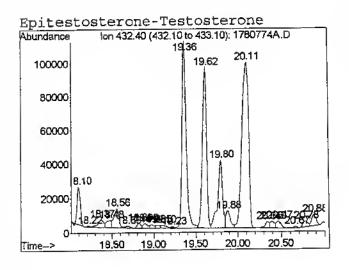
Sample Name: B 178/07 995474 TE

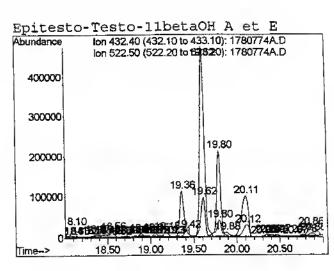
Misc Info:

Vial Number : 4









D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774A.D

Data File Path

D:\MSD20\AOUT06\0308\

Data File Name

1780774A.D

Operator

23

Date Acquired

8/3/2006 18:43

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

B 178/07 995474 TE

Vial Number

4

Calibration Title
Last Calibration Update

Quantification du rapport T/E Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	Na <u>me</u>	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.98	301.3	Methyltestosterone	3971127	100.00	ng/mL
2)	.0.2	18.56	432.4	Epitestosterone	342595	5.94	ng/mL
3)	*	19,36	432.4	Testosterone	3733052	63.15	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
10.9	10.6

D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774B.D

Data File Path

D:\MSD20\AOUT06\0308\

Data File Name

1780774B.D

Operator

23

Date Acquired

8/3/2006 19:14

Acq. Method File

MAN27

Sample Name

B 178/07 995474 TE

Vial Number

5

Calibration Title
Last Calibration Update

Quantification du rapport T/E

te Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	<u>Signal</u>	Name	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	41.4.	20.99	301.3	Methyltestosterone	3356149	100.00	ng/mL
2)		18.57	432.4	Epitestosterone	279871	5.75	ng/mL
3)	*	19.36	432.4	Testosterone	3079122	61.64	ng/mL

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.0	10.7

File: D:\Msd20\aout06\0308\1780774B.D

Operator: 23

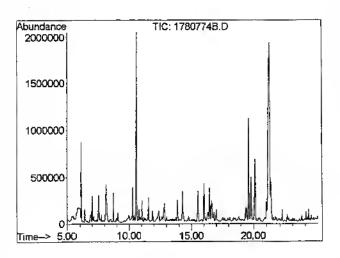
Date Acquired: 3 Aug 2006 19:14

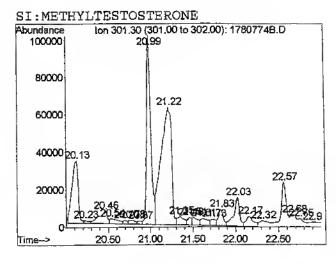
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

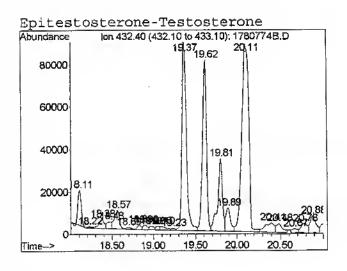
Sample Name: B 178/07 995474 TE

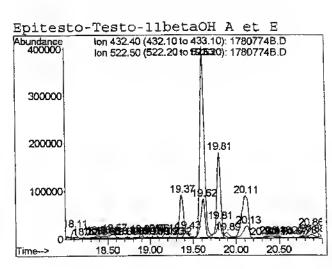
Misc Info:

Vial Number : 5









D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774C.D

Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\

Data File Name 1780774C.D

Operator 23

Date Acquired 8/3/2006 19:45 Acq. Method File MAN27

Sample Name B 178/07 995474 TE

Vial Number 6

Calibration Title Ouantification du rapport T/E Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

<u>#</u>	Peak Type	Ret Time	<u>Signal</u>	<u>Name</u>	Target Response	Amount	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.99	301.3	Methyltestosterone	4098783	100.00	ng/mL
2)		18.56	432.4	Epitestosterone	329392	5.55	ng/mL
3)	*	19.37	432.4	Testosterone	3670090	60.18	ng/m!_

Calcul du rapport T/E

Surface	Concentration
11.1	10.8

File: D:\Msd20\aout06\0308\1780774C.D

Operator: 23

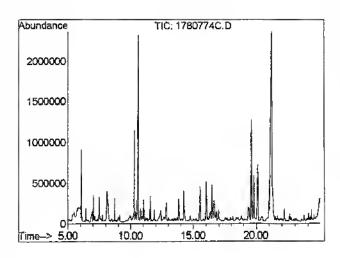
Date Acquired: 3 Aug 2006 19:45

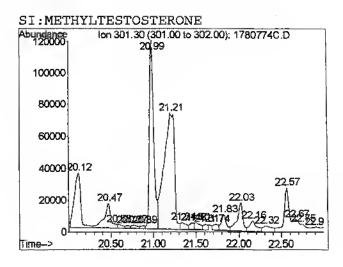
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

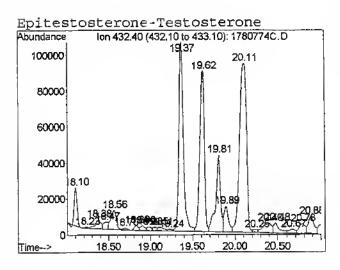
Sample Name: B 178/07 995474 TE

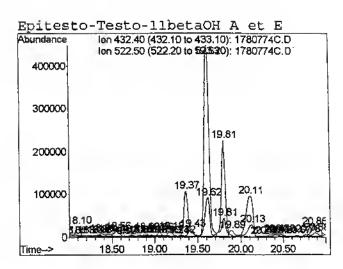
Misc Info:

Vial Number : 6









D:\MSD20\AOUT06\0308\1780774S.D

Data File Path D:\MSD20\AOUT06\0308\

Data File Name 1780774S.D Operator 23

Date Acquired 8/3/2006 20:16
Acq. Method File MAN27

Sample Name B 178/07 995474 ssh TE

Vial Number

Calibration Title Quantification du rapport T/E
Last Calibration Update Fri Aug 04 07:32:46 2006

#	Peak Type	Ret Time	Signal	<u>Name</u>	Target Response	<u>Amount</u>	<u>Units</u>
1)	*ISTD	20.97	301.3	Methyltestosterone	3924981	100.00	ng/mL
2)		18.62	432.4	Epitestosterone	11645	0.44	ng/mL
3)	*	19.38	432.4	Testosterone	41499	1.22	ng/mL

Calcul du rapport T/E

L_.

Surface	Concentration		
3.6	2.8		

File: D:\Msd20\aout06\0308\1780774S.D

Operator: 23

Date Acquired: 3 Aug 2006 20:16

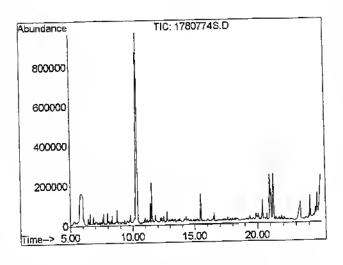
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

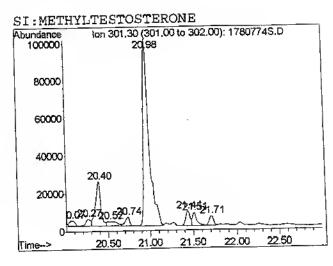
Sample Name: B 178/07 995474 ssh TE

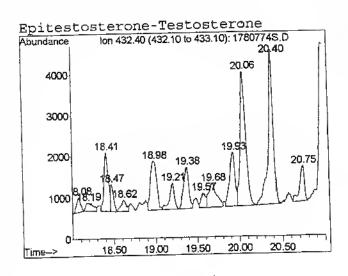
Misc Info:

Vial Number : 7

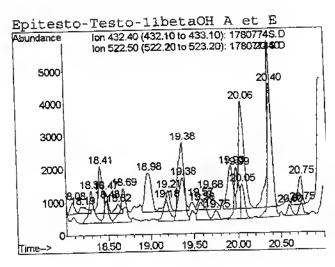
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone







(()()()()()()()()



File: D:\Msd20\aout06\0308\REF1TE.D

Operator: 23

Date Acquired: 3 Aug 2006

Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

Sample Name: BLU + T30 E5

Misc Info:

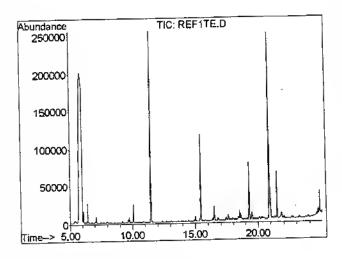
· -

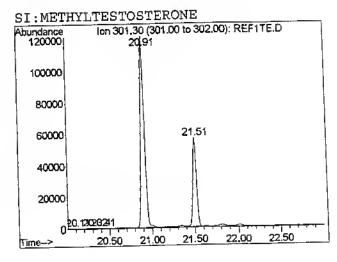
1000

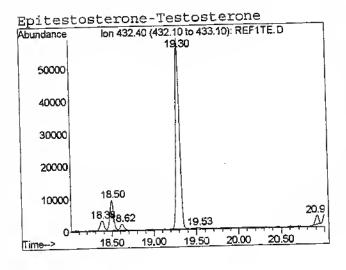
Vial Number : 9

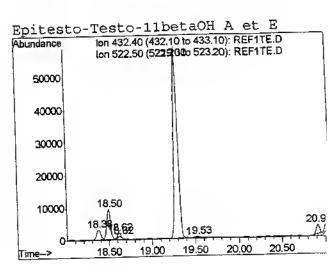
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone

21:49









File: D:\Msd20\aout06\0308\REF2TE.D

Operator: 23

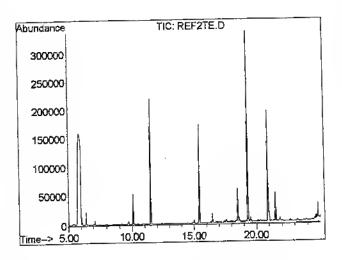
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:20

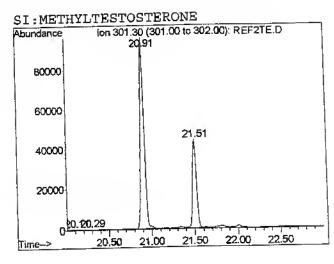
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

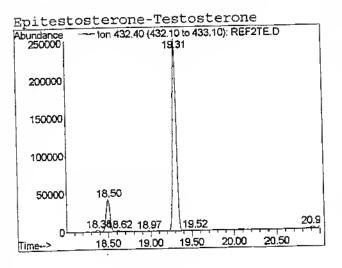
Sample Name: BLU + T180 E30

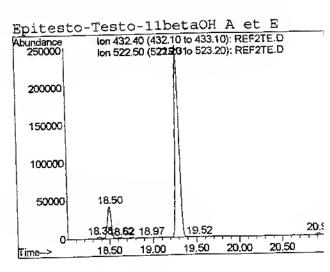
Misc Info:

Vial Number : 10









File: D:\Msd20\aout06\0308\REF3TE.D

Operator: 23

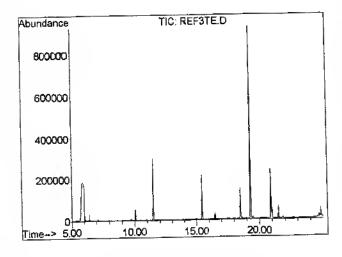
Date Acquired: 3 Aug 2006 22:51

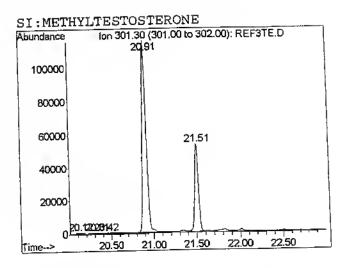
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27

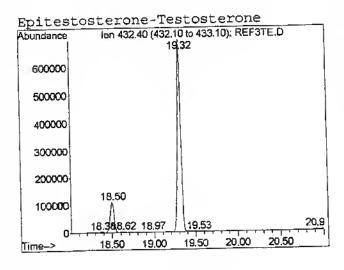
Sample Name: BLU + T360 E60

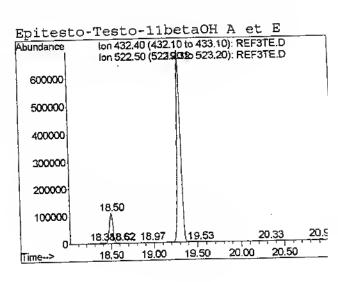
Misc Info:

Vial Number : 11









			REGISTREME) 1	Code: E-FCR-04B2 Version: A Date: 03/08/2006 Page: 1/1	
	FICHE	D'ANALYSE / RE	SULTAT - CO	NFIRMATIO	N SEMI-QUANTIT	ATIVE	T/E (tro	is aliquotes)
araphe :	:							
Echantill	ов:	47	8/07 994474		Dilution:	1/	1	
on đe qu	ıantificatio	n Testo et Epitesto:	432	lon de	quantification SI:	30	1	
Сопсель	ation de la	référence 1 :	Testosterone:	30	Epitestosteror	1e :	5	T/E théorique: 6
Concent	ation de la	référence 2 :	Testostérone:	180	Epitestosteror	ne:	30	T/E théorique: 6
Concent	ration de la	référence 3 :	Testostérone:	360	Epitestostero	se:	60	T/E théorique: 6
Fic	hier	Surface du Sl	Surface Te	stosterone	Surface Epitestoste	гопе		
REFI	REFITE	3782021	184	5917	294592			
REF2	REF2TE	3011193	786	0237	1324358			
REF3	REF3TE	3783290	20557109		3442296			
)774A	3971127	3733052		342595			
	774B	3356149	307	9122	2 798 71			
	0774C	4098783	367	0090	329392			
		ADOTA NEET LON						
	chier	Concentration		Concentrati	ion Epitestostérone	Rap	port T/E	en surface
	0774A	63,2	ng/mL	5,9	ng/mL		10,9	
		61,6	ng/mL	5,8	ng/mL		11,0)
	0774B	60,2		5,6			11,	i
	07 7 4C	61,7	ng/mL	5,7	ng/mL		11,0	
Moyenne		1,5	ng/mL	0,2	ng/mL		0,1	
Ecart type		 	ng/mL	S,7	ng/mL	A CONTRACT		
Valet	ir finale	61,7	ng/mL	3,7	ng/mL	- A		Ad Lakes en 1
		· ·	Partie à	remplir pa	r le responsable			
Seuil de	déclaratio	on du rapport T/E (e	n surface): 4	* ,	_			of m
Incertit				30% pour	l'Epitestosterone : I	30/o	pour la	Testosterone : Z
		r basse du rapport T		Résu	ltat: Ano	rmal :		
	Valeu	r haute du rapport T	/E: 14 3		Incla	assable	:	
					Nég	atif:		

I HI 11 H A	
Seuil de déclaration du rapport T/E (en surface): 4	pour l'Epitestosterone : 30% pour la Testosterone : 20%
Incertitude (nee a la methode) pour le l'apport 172.) pour representation
Valeur basse du rapport T/E: 7-7	Résultat : Anormal :
Valeur haute du rapport T/E: 14.3	Inclassable :
	Négatif:
Correction des concentrations en Testosterone et Epitest	costerone par la densité (cf doc E-INC-03):
Densité affichée	1.095 PARAPHE
Numéro du réfractomètre	2
Densité corrigée :	1025
Facteur de correction	0.74
Concentration corrigée de Testosterone	45.7 ng/ml.
Concentration corrigée d'Epitestosterone	to 9 parted .

Ecart no:

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006

1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

Numéro	d'identification de l'appareil :	MS020	• .
<u>.</u>	Date:	03/08/06	•
1 - Source d'io	nisation		Oui Non
MSD	Autotune: Ion 69 ou 219 majo Autotune: Abondance de l'ion Repelier < 35	oritaire n 502 > 3%	9
Polaris	Ion time > 2 ms	•.	
Observations:			
<u> 2 - Etanchéïté</u>	du système		Oui Non
MSD /	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32 44/69 (CO2) < 10% Air et eau : Intensité ion 19 <		8
Polaris	. Air et eau : intensité ion 15		
Observations			
<u> 3 - Sensibilité</u>	<u> </u>		Oui Non
Screening Conf	Recal / Mix conforme TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier: TP conforme - Fichier:	PTE	
	TP conforme - Fichier. TP conforme - Fichier.		

Observations:

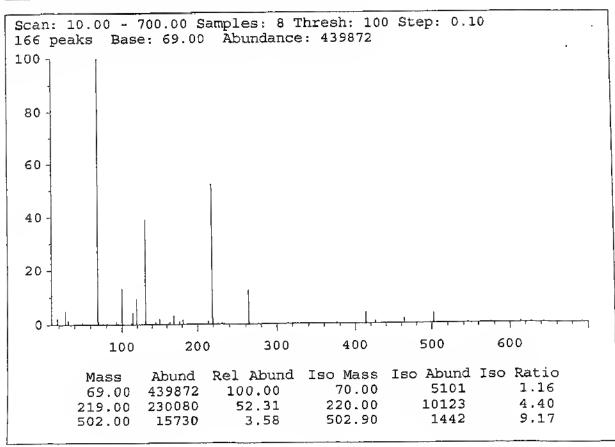
Code opérateur et paraphe:

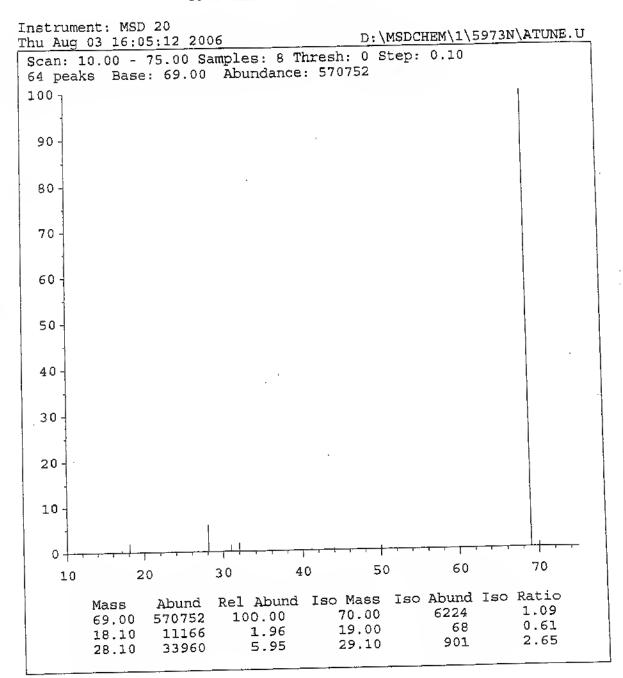


Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Thu Aug 03 16:00:37 2006

Mass Ab Pw50	69.00 483164 0.62		218.90 247349 0.62		502.00 17083 0.64	Ion Pol
						Samples 8 PFTBA OPEN Averages 3 StepSize 0.10 Zones:
						MS Source 230 Foreline 59 MS Quad 150
66	71	216	221	500	505	





Current Params used: Rep = 30.5 Entl = 19.33 Entr = 12 FOCUS = 90 EMV = 1353

Relative abundances:

lam - 7

18/69 = 1.96 Water%
28/69 = 5.95 Nitrogen%
32/69 = 1.86 Oxygen%
44/69 = 0.40 Carbon Dioxide%
28/18 = 304.14 Nitrogen/Water%

File: D:\MSD20\AOUT06\0308\TPTE.D

Operator: 23

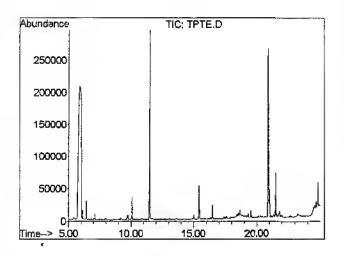
Date Acquired: 3 Aug 2006 17:10

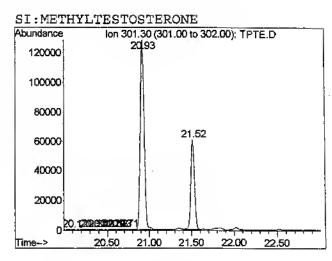
Instrument: MSD 20 Method File: MAN27 Sample Name: TP TE 2

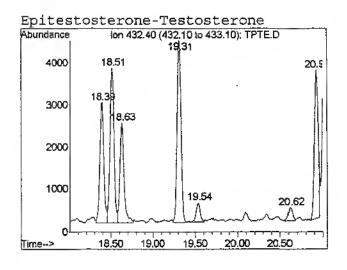
Misc Info:

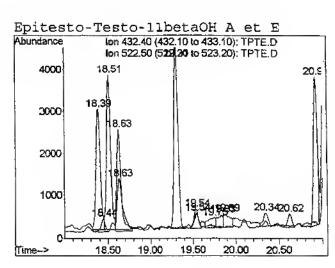
Vial Number : 2

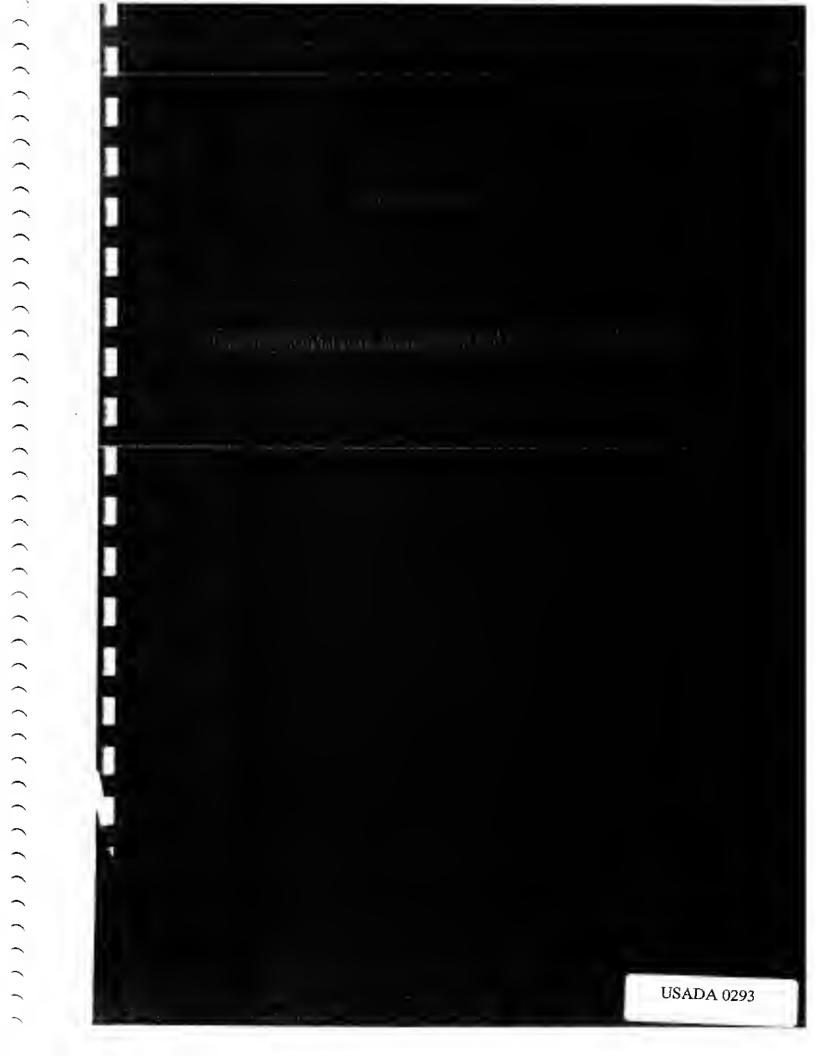
Analyse quantitative: Testosterone/Epitestosterone











LNDD	ENRECI	STREMENT	Code :	E-RECAP-01
			Version : Date :	09/06/2006
F	ICHE RECAPITUL	ATIVE DES ANALYSES	PRESENTEES	3
		BCHANTHELDON:		
Nº de laboratoire :	A81Q		échantillon :	७ ९९५५५
Produit(s) confirmé(s)	: Analyx I	edopique 13C/12C		
pH mesuré en conf :	5.2	Densité a	affichée en conf :	1.025
		R	éfractomètre n° :	2
A STREET AND THE STREET STREET, STREET AND THE STREET AND THE STREET, STREET AND THE STREET, A	Anna 10 anna	<u>*</u> 1	Densité corrigée :	よっから
	CONTRA	MATRON OF PARTIES		
Essai n°:		EC 34		
Mode opératoire de prépa	aration:	M-EX- 24	Version :	- C
Mode opératoire d'analys	e: [M-AN- 52/41	Version	A/B
CG/SM (SCAN)	Z CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3	
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV	
IMM	EPO [CG/C/IRMS ~	Cytométrie	
	CONTRIMA	HON STAFOR STAIL		
Essai nº:		EC		
Mode opératoire de prépa	ration:	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'analyse	<u>_</u>	M-AN-	Version:	
}	CG/SM (SIM)			<u></u>
CL/SM (SIM)	CL/SM2		G/SM (SCAN)	
Concentration estimée:	CD/SM2	CL/SM3	CL/UV	
* Concentration corrigée :		n magalagas (bullinga) arab 1 milin		
T	- CALL GUNDURE	iannos Quassirant	/Fit.	
Essai nº:				
Mode opératoire de prépar			Version:	
Mode opératoire d'analyse		M-AN-	Version:	
CG/TSD	CG/SM (SIM)	C(G/SM (SCAN)	IMM
Concentration mesurée:				
* Seuil corrigé :				
	e de la companya de l	der der Redukt		
ES02 -BBS (CG-SM)	E	S08 -HES (CG/SM)		ES06 - IMM
ES02C -EPH (CG/SM)		ES08B -PS		ES07 -EPO
ES03 -CD (CL/SM)	ES03B	-LCH (CL/SM/SM)		ESS01 - HBOCs
ES04 -H (CG/SM)	ES05	MS2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS
ES03C -LCH (CL/SM)	7			
Code opérateur de l'analyst	e : 26	Code opérateur du resp	oneshle : i. o	
Date et paraphe :05708/6		Date at namaha	onsaule . 44	
230 or barabue .0310016	Ct	Date et paraphe : osl	offer Man	9
Hors portée d'accréditation		7		1
Raison ou numéro d'écart d		→ rs portée :		
		rchiver dans le dossier de	confirmation	(6

65

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Documents utilisés: E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	APPLICABLE le
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	1 9 JAN. 2006
Transvaser le surnageant dans tube prélablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon 1-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	· .
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide å +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	•
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

2/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 μl - Cônes Greiner Vortex	r Pyridine désséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	
Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	SPECIMEN
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote .

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C Date:17/01/2006

3/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Sertir et Agiter 10 secondes

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Ajonter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	
Ajouter 200 μl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 μJ Cônes Greiner	Acetonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	SPECIMEN
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	SI Low
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 μl ou 1 ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	
Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01)	Capsules à sertir - Vortex Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acetate H67 0.2m
Agiter 10 secondes		
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 μl ou 1ml	Hexane

Capsules à sertir - Vortex

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C
Date :17/01/2006
4/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
тédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	(Lougasqu
vėrifiė par	Corinne BUISSON	16/01/2006	Byrose.
vėrifiė par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	The state of the s
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	10 least

EV	OL	HIT	OF	NC
A2 T		///	··	ביוו

Nº Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A>Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
В	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
c ·	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

SPECIMEN

-					
LN	d d	ENREGIST	TREMENT	Codification: E-T Version: G Date: 17/01/2006	E-03C
FICH	E DE SUIVI I	DES ALIQUOTES	- CONFIRMA GC/C/IRMS	ATION / CONTRE EXPE	ERTISE EN
L				-	
Mode opéra	atoire d'extractio	on:	M-EX-24		
Echantillon:	TABICA	<u> ८ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ ५ </u>		Sexe: M	F .
Miseå l'amb	iant de l'échant	illon: Date: 5	प ्डा ळ म	leure: 9412	
Pri se d'essai	: Volun	ne: 30 m	Heure:	11th 2 Paraphe:	28cf
	Date	Appareil	Températu	re en °C Valeur lue	Paraphe
pН	ক্ষা <i>হ</i> র। ৩৫	pHmet n°; \(\frac{1}{4}\)	27,8	5,18	144
Densité	<u>्रि</u> शव्याव	Refract no: 2		1,025	Add
Blanc urinai	re: Pool 4	Densité :	1.023 Prise	e d'essai : KmL Paraj	phe: Ref
<u>Préparation</u>	de l'échantillor	1			
Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matéri	el utilisé Paraphe
Première extraction	0810610C	J1426		Rapid Trace: RTORD	28.C
	ञाळाळ		J8H∞		
Stockage à 4°C		i Perusia a manana		Lieu: CH-FR 1	
Composed as					
Evaporation Stockage à	0210810C	13403	78448	Bain à sec (BSE):521	2 Eef
1°C			<u> </u>	Lieu: CH-FR:	
Hydrolyse	0810810C	73422		Code du tampon : ptt65 Th	10 € 50 F
	034 08106		しんゅう	DLU* de la βGlu : O. OR. α Etuve n° : Γ	26
		The second secon			

16452

Deuxième

extraction

Stockage à

4°C

02108106

ON08106

صراكال

16ef

Rapid Trace: RTORD

Lieu: CH-FR 1

^{*}DLU: date limite d'utilisation

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: **G**Date: 17/01/2006

2/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	
Evaporation	<i>०३</i> ०८८०५	16455	cen81	Bain à sec (BSE): S21	1
Stockage à 4°C	-			Lieu: CH-FR 1	28ef
Acetylation	्रभ ळ्डा ७८	78402		DLU* Anhydride acétique R. II. 08	28.5
	०५।०८।०६		9*14	DLU* Pyridine: 10 2006 Bain à sec (BSE):	
Evaporation	B410810	9414	9420	ou Température ambiante Bain à sec (BSE): 521	10.0
Tro isième	24108106	9+23			18°t
extraction	20130110		حصبدم	Rapid Trace: 2000	Sect
Stockage à				Y:	
4°C				Lieu: CH-FR 1	
Evaporation	न्माञ्चाक	JO452	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		
Stockage à	- 11-01-00	20.32	78420	Bain à sec (BSE): HU	Ref
4°C				Lieu: CH-FR 1	
Ajout SI,	्राळ्या	الار 12الار		Code 1 cr co	
Aise en vial	20180110		75405	Code du SI (0,2mg/mL): H67-	Det_
Evaporation	ज्माळाळ	23 ⁴ 09		-	0.5
	04108106		8mgr	Bain à sec (BSE): SU	def
tockage à		e and a first to a self-and a regularity to a self-and a self-and a self-and a self-and a self-and a self-and a		The COTY TO	<u></u>
4°C			13 (13 (13 (13 (13 (13 (13 (13 (13 (13 (Lieu: CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (μl)	3	حد	3
Volume hexane (μI)	صار	400	-100

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	হ্মান্ত্রাক্	ميسي		-	2Sef
Injection	क्ता ळी व्य	-13422		MSD 22	12 r
CG/MS	चता <i>०</i> डी ०१		بهسي		~
Ajout du SI si nécessaire	०५१०८/०६	J6#4F		Code du SI (200ng/µL) : H67-	Se.C
Evaporation	90180120	-1845D	18455	Bain à sec (BSE) : S2	28.C
Stockage des vials à 4°C				Lieu: CH-FR.1	
viais a 4°C			V'		<u></u>

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
1					·
			<u> </u>		
			<u> </u>		

Analyse par GC/C/IRMS

		Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μΙ)	13	82	7
Volume final hexane (µl)	720	870	45

LNDD ENREGISTREMENT Codification: E-TE-03C
Version: G
Date: 17/01/2006
4/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	अक्टा <i>क</i>	70428			Red
Injection GC/C/IRMS	व्य (०८) ०६	רסייף ג		ISOPRIME 1	Pot

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupèré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
			4,5		<u> </u>
					•
]			
					
		1	,		

Ecarts no:

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

```
------
_Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
 Method Sections To Run:
    ( ) Save Copy of Method With Data
   ( ) MSTOP
                         Pre-Run Cmd/Macro =
   ( ) Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro = ( ) Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
   (X) Data Acquisition
 (X) Data Analysis
   ( ) MSTOP
                         Post-Run Cmd/Macro =
( ) Instrument Control Post-Run Cmd/Macro = ( ) Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =
 Method Comments:
   This is the default method
                              END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                                     -----
                              INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                              _______
     6890 GC METHOD
OVEN
Initial temp: 70 'C (On)
Initial time: 1.00 min
                                          Maximum temp: 325 'C
                                          Equilibration time: 0.50 min
   Ramps:
      # Rate Final temp Final time
1 30.00 270 12.00
2 10.00 300 3.00
                  300
     3 0.0(Off)
   Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
   Run time: 25.67 min
FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)
                                      BACK INLET (UNKNOWN)
  Mode: Splitless
   Initial temp: 280 'C (On)
  Pressure: 145.0 kPa (On)
  Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
  Total flow: 25.4 mL/min
  Gas saver: Off
Gas type: Helium
JLUMN 1
                                       COLUMN 2
  Capillary Column
                                          (not installed)
   Model Number: Agilent 19091s-433
  Max temperature: 325 'C
  Nominal length: 30.0 m
  Nominal diameter: 250.00 um
  Nominal film thickness: 0.25 um
  Mode: constant pressure
  Pressure: 145.0 kPa
Nominal initial flow: 2.3 mL/min
  Average velocity: 56 cm/sec
  Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
  Outlet pressure: vacuum
```

ethod: MAN_52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 1

```
. FRONT DETECTOR ()
                                            BACK DETECTOR ()
 SIGNAL 1
                                            SIGNAL 2
 Data rate: 20 Hz
Type: test plot
                                               Data rate: 20 Hz
                                               Type: test plot
    Save Data: Off
                                               Save Data: Off
Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
   Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
Fast Peaks: Off
                                               Fast Peaks: Off
    Attenuation: 0
                                               Attenuation: 0
 _COLUMN COMP 1
                                            COLUMN COMP 2
    (No Detectors Installed)
                                               (No Detectors Installed)
 THERMAL AUX 2
 Use: MSD Transfer Line Heater
    Description:
    Initial temp: 300 °C (On)
Initial time: 0.00 min
     # Rate Final temp Final time
          0.0(Off)
       1
                                            POST RUN
                                               Post Time: 0.00 min
 r= -
 _IME TABLE
   Time
              Specifier
                                                Parameter & Setpoint
                                 7673 Injector
 1....!
     Front Injector:
         Sample Washes
         Sample Pumps
                              1.0 microliters
10.0 microliters
         Injection Volume
        Syringe Size
        PostInj Solvent A Washes
PostInj Solvent B Washes
        Posting Solicing Viscosity Delay Fast
                                        3
                                        3 seconds
        Plunger Speed
     Plunger Speed
PreInjection Dwell
PostInjection Dwell
                                   0.00 minutes
0.00 minutes
    Back Injector:
 o parameters specified
 Column 1 Inventory Number : ?
Column 2 Inventory Number :
                                 MS ACQUISITION PARAMETERS
eneral Information
 · -----
Fune File
                          : atune.u
cquistion Mode
                          : Scan
MS Information
1
Solvent Delay
                         : 9.00 min
M Absolute
                          : False
4 Offset
Resulting EM Voltage : 1905.9
Scan Parameters]
Tow Mass
                         : 50.0
bthod: MAN_52.M
                    Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                      Page: 2
```

```
digh Mass
                         : 550.0
 fhreshold
                          : 150
: 2
 Sample # #?lot 2 low mass ?lot 2 high mass
                                    A/D Samples
                         : 50.0
                         : 550.0
 [MSZones]
 ' 1S Quad
                          : 150 C maximum 200 C
 1S Source
                          : 230 C maximum 250 C
                              END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                            END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                            DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
Percent Report Settings
Sort By: Signal
Futput Destination
   Screen: No
Printer: Yes
    File:
             No
ntegration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method: No
ignal Correlation Window: 0.020
ualitative Report Settings
meak Location of Unknown: Apex
Library to Search Minimum Quality
C: \temp\IRMS.L
ntegration Events: AutoIntegrate
Report Type: Summary
, utput Destination
__ Screen: No
   Printer: Yes
   File: No
_enerate Report During Run Method: No
uantitative Report Settings
ethod: MAN_52.M
                      Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                  Page: 3
```

76

Report Type: Summary

Dutput Destination Screen: Yes Printer: No File:

Generate Report During Run Method: No

·Calibration Last Updated:

leference Window: 10.00 Percent Mon-Reference Window: 5.00 Percent Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

Default Sample Concentration: 0.00

Compound Information

*** Empty Quantitation Database ***

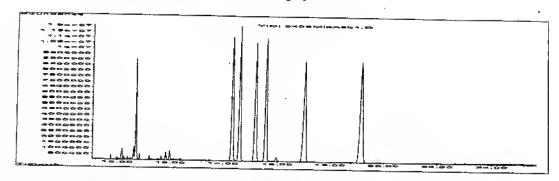
END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 10:24:41 2006

```
Sequence Name: C:\MSDChem\l\sequence\2006\Aout06\0408.S
        Operator: 26
       Data Path: D:\MSD22\AOUT06\0408\
                   Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seg Cmd:
Data Analysis
                  Pre-Seq Cmd:
                  Post~Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:
  Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
   (X) Full Method
                             (X) Inject Anyway
( ) Don't Inject
    ( ) Reprocessing Only
                         Line
                       Sample Name/Misc Info
1) Calibration 1
Datafile 0408MixAc01
Method MAN_52
2) Blank 2 blu1f3 MAN
                              MAN_52 Blu 1 F3
3) Sample
                 3
    Datafile
                     17807474f3
    Method
                    MAN 52
4)
    Blank
                 4 blu1fl
                            MAN_52 Blu 1 F1
5) Sample
   Datafile
                    17807474f1
Method
6) Blank
                     MAN 52
                  6 blulf2
                            MAN_52
                                      Blu 1 F2
7) Sample
   Datafile
                     17807474f2
    Method
                     MAN_52
                                         Séquence vérifiée par : 20.....
                                        Remarques: .....
                                         ********************************
```

D:\Msd22\Aout06\0408\0408MixAc01.D

Data File Name 0408MixAc01.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 9:43
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 50
Vial Number 1
Misc Info Mix Acetate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.70		258	14,559,348
Etiocholanolone AC	14.37	1.343	272	27,927,453
Androsterone AC	14.63	1.368	272	46,140,764
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.420	256	27,022,036
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.58	1.457	316	37,046,436
11 KatoEtiocholanolone AC	17.09	1.597	271	36,707,461
5b Pregnan 3a 20a dioi diAC	19.21	1.796	284	45,892,036

M2 signal

Name_	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,126,010	103.9
Etiocholanolone AC	257	17,606,728	63.0
Androsterone AC	257	19,683,079	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	24,536,719	90.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	21,410,205	57.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	30,056,893	81.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,822,025	56.3

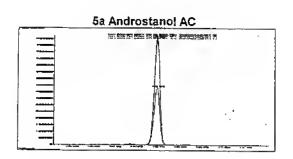
<u>M3 signai</u>

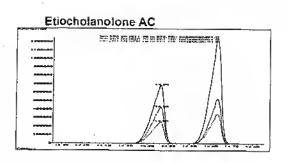
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,054,385	55,3
Etiocholanolone AC	201	10,598,971	38.0
Androsterone AC	218	13,895,009	30.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	20,649,090	76.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	18,348,951	49.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	22,112,785	60.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,834,532	28.0

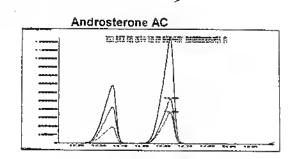
Page 1 of 2

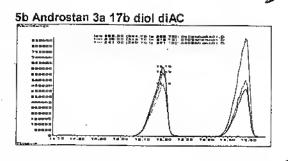
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MANS2.CRT

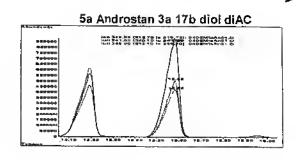
8/4/2006 10:14 AM

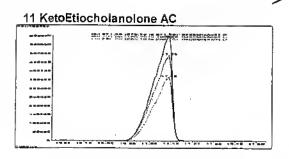


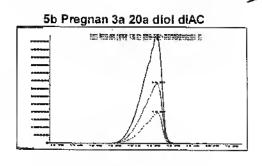












Page 2 of 2

C:\M5DCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 10:14 AM

D:\Msd22\Aout06\0408\biu1f1.D

Data File Name bluff1.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Dperator 26

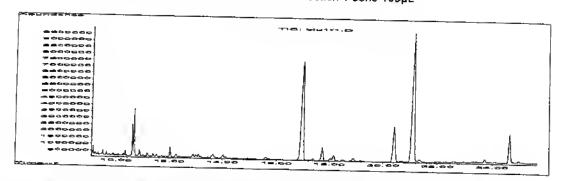
Date Acquired 8/4/2006 14:26

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F1

Viat Number 4

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	5,520,561
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0,020,001
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.01	1.594	271	27.955.030
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	D.000	284	27,855,670 0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,774,860	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	Ď	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,757,434	81.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	01.7

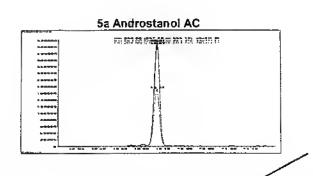
M3 signal

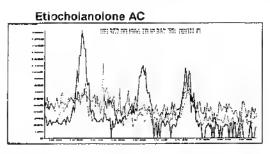
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanoi AC	204	3,105,342	56.3
Etiocholanolone AC	201	o o	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androsten 3a 17b dioi diAC	256	D	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,920,850	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	. 0	0.0

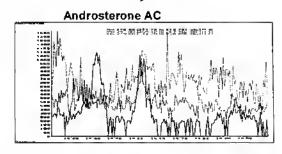
Page 1 of 2

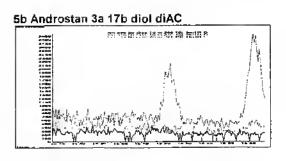
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

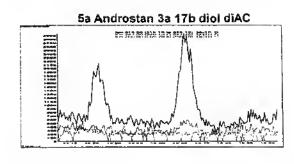
8/4/2006 2:54 PM

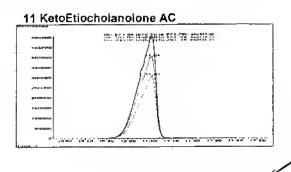


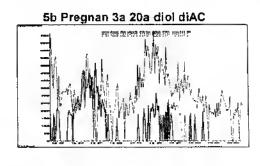












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:54 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474ff.D

Data File Name 17807474f1.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

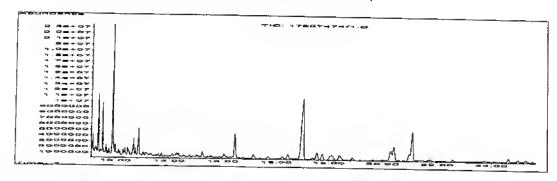
Date Acquired 8/4/2006 14:59

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F1

Vial Number 5

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name .	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,012,619
Etiocholanglone AC	0.00	0.000	272	0,012,010
Androsterone AC	0.00	0.000	272	Ô
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	ň
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	46,222,964
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	70,222, 90 4 ()

M2 signal

Name Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,291,627	105.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,126,360	78.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

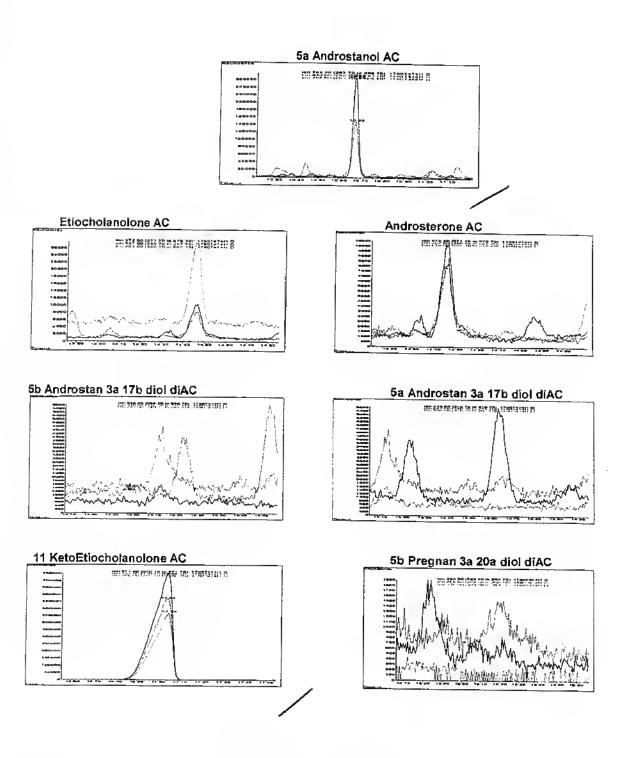
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,048,558	60.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,286,843	61.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

Page 1 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 3:27 PM



Page 2 of 2

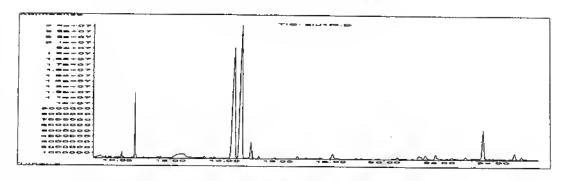
C:\M5DCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 3;27 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\btu1f2.D

Data File Name blu1f2.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Dperator 26
Date Acquired 8/4/2006 15:31
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F2
Vial Number 6

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	20,287,078
Etiocholanolone AC	14.40	1.348	272	77,262,593
Androsterone AC	14.68	1.375	272	150,213,193
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	O
_5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	20,899,494	103.0
Etiocholanolone AC	257	47,707,175	61.7
Androsterone AC	257	63,281,939	42.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	· O	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

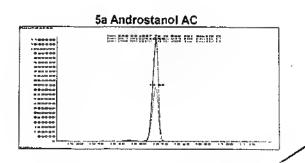
M3 signal

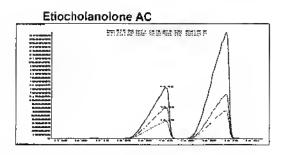
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,082,620	54.6
Etiocholanolone AC	201	27,413,943	35,5
Androsterone AC	218	42,679,798	28.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	D	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	O.	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

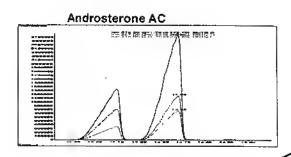
Page 1 of 2

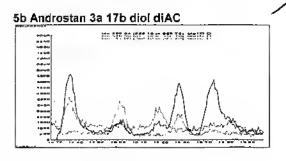
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

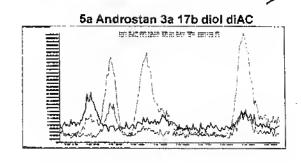
8/4/2006 3:58 PM

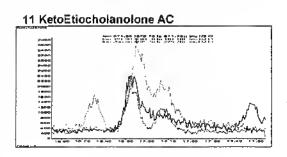


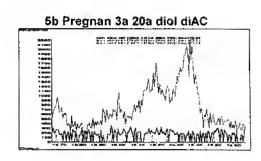












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 3:58 PM

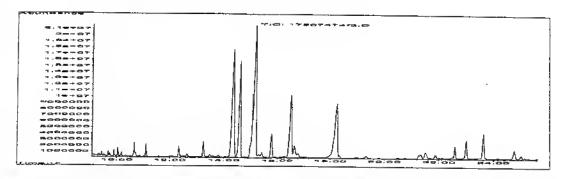
D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f2.D

Data File Name 17807474f2.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 16:03
Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 8995474 F2

Vial Number 7

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,447,735
Etiocholanolone AC	14.37	1.346	272	56,129,234
Androsterone AC	14.63	1.371	272	66,514,969
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	o i
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	Ō

M2 signal

5...

Name_	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,645,387	105.7
Etiocholanolone AC	257	34,755,167	61.9
Androsterone AC	257	28,337,297	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0.	0.0

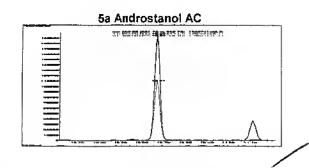
M3 signal

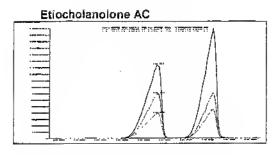
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,986,261	57.6
Etiocholanolone AC	201	20,012,288	35.7
Androsterone AC	218	19,275,305	29.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	O O	0.0

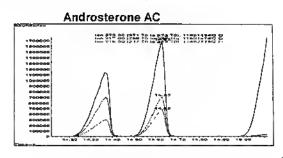
Page 1 of 2

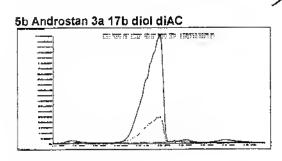
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

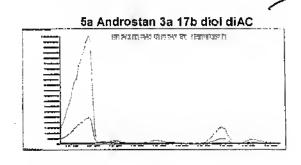
8/4/2006 4:31 PM

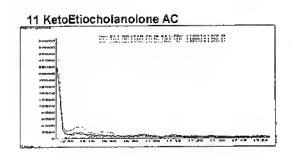


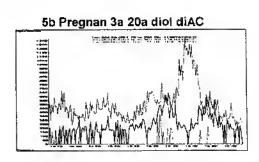








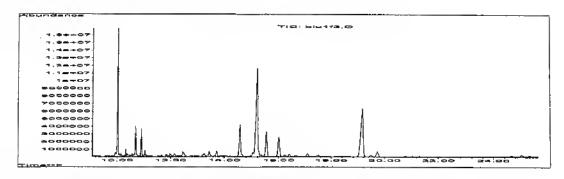




Page 2 of 2

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f3.D

Data File Name blu1f3.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 13:22
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F3
Via! Number 2
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanoi AC	10.69		258	5,912,258
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1,421	256	30,691,343
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.54	1.453	316	9,191,814
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	_19_17	1,793	284	28,874,790

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,184,142	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	D	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	28,217,276	91.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,536,180	60.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	16,189,201	56.1

M3 signal

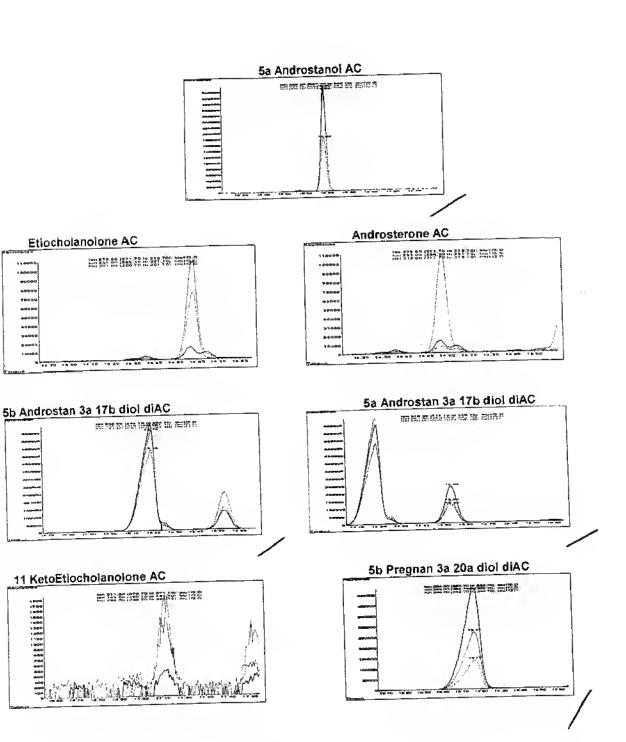
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,235,828	54.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b dioł diAC	241	23,375,042	76.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,622,981	50.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	8,026,255	27,8

Page 1 of 2

()(()()()()()()()()()()

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:36 PM



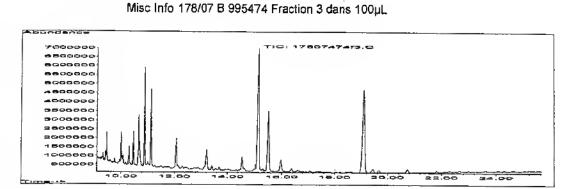
Page 2 of 2

C:\M5DCHEM\CU5TRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:36 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f3.D

Data File Name 17807474f3.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 13:54
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name 178/07 B995474 F3
Vial Number 3



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	4,330,622
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.418	256	15,590,168
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.50	1.452	316	9,733,826
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.791	284	20,380,358

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,507,718	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,182,571	91.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,804,397	59.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,439,074	56.1

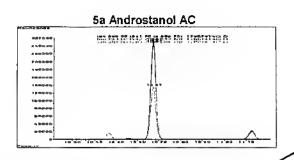
M3 signal

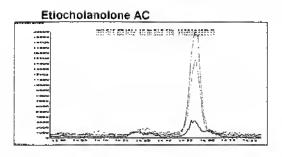
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,391,308	55.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,985,724	76.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,855,730	49.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5.570.119	27.3

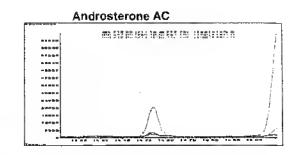
Page 1 of 2

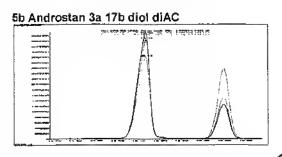
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

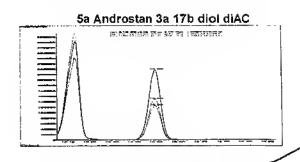
8/4/2006 2:43 PM

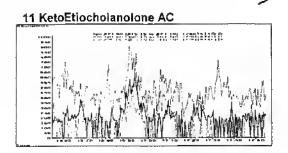


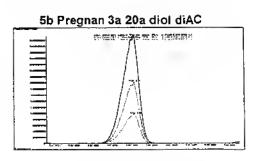












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:43 PM

Concordance globale des abondances relatives :

non

oui

Codification: E-FCR-09 **ENREGISTREMENT** Version: LNDD Date: 31/01/2006 FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS 17807474£2 Androstérone AC Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix M1 (%) Tr (min) Τπ M1 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Тπ M2 (%) M3 (%) 14.63 1.371 100 42.6 29.0 100 42.7 30.1 14.63 1.368 1.354 34.2 24.1 14.48 Tolérance basse 51.2 36.1 Tolérance haute 14.78 1.382 Concordance des Tr: oui Х ποπ X Concordance des Trr: оці поп X Concordance globale des abondances relatives : oui ποπ 5b Androstane-3a,17b-diol diAC 17807474f3 Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix M3 (%) Tr (min) Tπ M1 (%) M2 (%) M3 (%) Тπ M1 (%) M2 (%) Tr (min) 15.14 1.418 100 91.0 76.9 15.19 1.420 100 90.8 76.4 66.4 1.406 80.8 Tolérance basse 15.04 Tolérance haute 1.434 100.8 86.4 15.34 Concordance des Tr: oui non X Concordance des Trr: oui non Х Concordance globale des abondances relatives : oui поп 17807474f3 Substance caractérisée : 5a Androstane-3a,17b-diol diAC Fichier: Echantillon Mix M2 (%) M3 (%) M1 (%) M3 (%) Trr Tr (min) Тπ M1 (%) M2 (%) Tr (min) 49.9 15.58 1.457 100 57.8 49.5 15.50 1.452 100 59.6 15.42 1.442 47.8 39.6 Tolérance basse 1.472 67.8 59.4 15,74 Tolérance haute X Concordance des Tr: oui non Concordance des Trr: oui Х ποπ Concordance globale des abondances relatives : X oui non 17807474£3 5b Prégnane-3a,20a-diol diAC Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix MI (%) M2 (%) M3 (%) M3 (%) Tr (min) Tπ M1 (%) M2 (%) Tr (min) Тπ 1.791 100 28.0 19.12 56.1 19.21 1.796 100 56.3 Tolérance basse 19.02 1.778 46.3 22.4 66.3 33.6 19.40 1.814 Tolérance haute X Concordance des Tr : oui поп Concordance des Trr: oui X non X Concordance globale des abondances relatives : oui non USADA 0324

LNDD		ENREGISTREMENT				Codification : Version : Date :		3/:	E-FCR-09 A 31/01/2006 3/3	
FICHE D'AI	NALYSE / RI	ESULTA	T ANALYS	E QUALI	TATIVE	GC/MS PO	UR CONF	IRMATIO	N GC/C/IF	RMS
Substance carac	ctérisée : [1	Fichier:				
	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Τπ	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		·
Tolérance basse										
Tolérance haute	<u> </u>				:					
Concordance des T	r:			oui		non		1		
Concordance des T				oui		non		1		
Concordance globa	le des abonda	inces relat	ives:	oui		non				
Substance carac	ctérisée :]	Fichier :		0]
			Mix			· · · · ·		Echantillon	 	
	Tr (min)	Τπ	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Тп	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse			L.							
Tolérance haute			1							
Concordance des T	r:			oui		non		٦		
Concordance des Trr:				oui		non]		
Concordance globale des abondances relati			ives:	oui		non]		
Paraphe et code op	érateur :		Def							
Partie à remplir par	le responsab	le :		-						
Caractérisation for	nelle de tous	les analyte	es:	oui	×	non				
Paraphe et code opérateur :										
Observations:										

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

LNDD

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006 1/1

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM

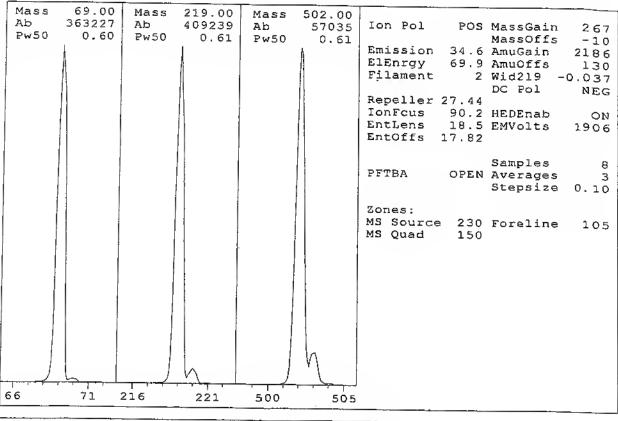
	(screening er confirmation)
Num	éro d'identification de l'appareil : H5022 Date: 04108(06
1 Carres d	
1 - Source d	
MSD	Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3%
Polaris	Repeller < 35 Ion time > 2 ms
Observations	
2 - Etanchéït	
MSD	18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10%
Polaris	Air et eau: Intensité ion 19 < intensité ion 18
Observations	
3 - Sensibilité	
	Recal / Mix conforme TP conforme — Fichier:
Observations:	

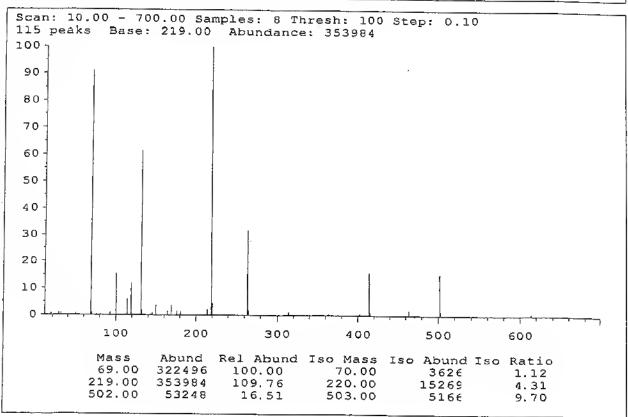
Code opérateur et paraphe : Æ

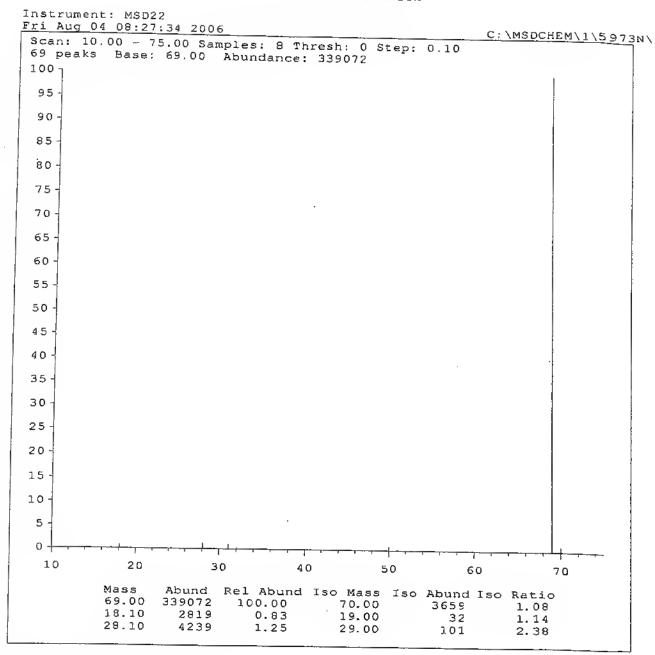
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Fri Aug 04 08:23:16 2006 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22







Current Params used: ATUNE.U

```
Relative abundances:

18/69 = 0.83 Water%

28/69 = 1.25 Nitrogen%

32/69 = 0.43 Oxygen%

44/69 = 0.06 Carbon Dioxide%

28/18 = 150.37 Nitrogen/Water%
```

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN -41

Version: B

Date :28/10/2005

1/2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

COLONNE

Туре:

DB17-MS JW Scien 122,4732 30m

Longueur:

0.25mm

Diamètre interne: Epaisseur du film:

0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ

LNDD

INJECTION

Mode:

Splitless (insert splitless)

Température injecteur:

280°C

Volume injecté: Solvants de rinçage ALS: lul-4ul

Solvant A: Acétonitrile

Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

2 8 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale: Gradient de température: 70°C pendant 1 min 70->271°C à 30°C/min 271°C->281°C à 0.6°C/min

281°C pendant 3 min 281->300°C à 5°C/min

Température finale: Temps d'analyse: Pression constante:

300°C pendant 5 min

45 min

Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à eau:

Ligne de transfert: Four à combustion: -100°C 350°C 850°C

SPECIMEN

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:

Programmation de l'acquisition:

ions 44, 45 et 46

Temps d'acquigition total:2580s

à 100s RG open

à 130s RG close

à 160s RG open

à 190s RG close

à 220s RG open à 250s RG close

à 750s HS close

à 2000s HS open

à 2400s RG open à 2430s RG close

à 2460s RG open

à 2490s RG elose

à 2510s RG open

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-AN -41

Version : **B**Date :28/10/2005
2 / 2

MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI

Ngjin - 122	<u>Yalkesiüükünküüköööö</u>			المحدد والمحدد المحدد الم
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	Magaral	7
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	Bears.	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	CEMITY	- 1
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	1 Ole	w
approuve par	Jacques DE CENORCE	26/16/2005	1 Par	

ALTORISM S

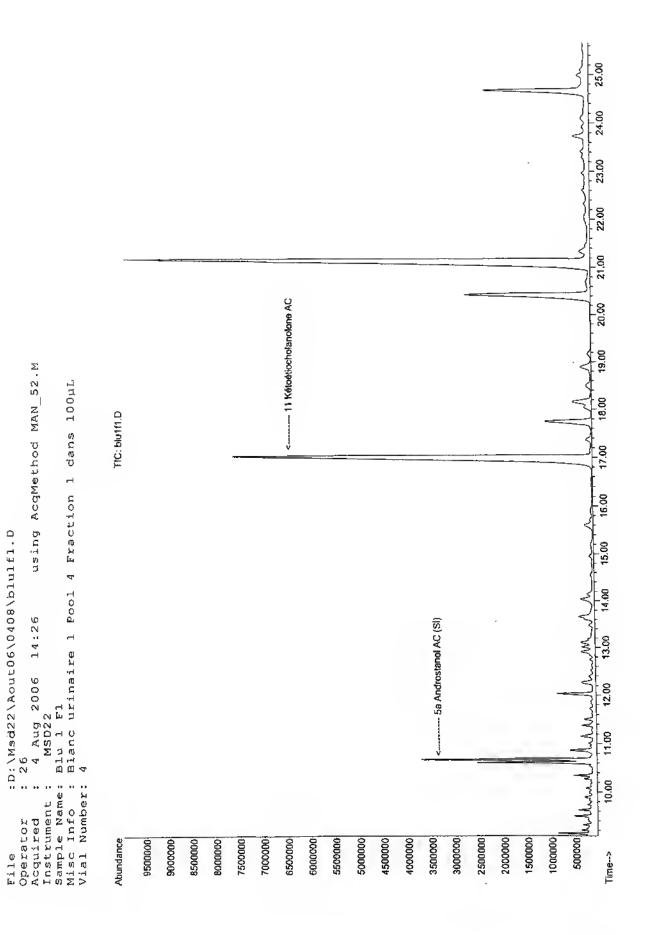
No Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
В		28/10/2005

SPECIMEN

Batch Data Processing Results

```
Data File Name : 040806
Autorun Setup File Name : 040806
Blank Subtraction : Disabled
Background Subtraction : Disabled
Reference Gas : Enabled
Ref Gas Delta (C13) : -34.50
Ref Gas Delta (O18) : -19.30
Current Time : 22:17:03
Current Date : 04/08/06
```

```
Sample Details Elemental Isotopic
   No. Name
                                           Weight Ref % Comp Delta
(mg) Type (C) (Cl3) (O18)
 1 Stabilite 1
                                            0.000 Sam
   2 Stabilite 2
                                            0.000 Sam
    3 Stabilite 3
                                            0.000 Sam
    4 Stabilite 4
                                           0.000 Sam
0.000 Sam
    5 Stabilite 5
    6 Mix Cal IRMS 003-1
                                            0.000 Sam
0.000 Sam
0.000 Sam
   7 Mix Cal IRMS 003-2
                                                           -31.30 -40.0
-31.68 -40.0
-31.42 -39.3
    8 Mix Cal IRMS 003-3
  9 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                  0.000 Sam -31
   10 Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL
   11 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL
12 Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL
                                                        0.000 Sam
                                                                         -3
· -3
                                                        0.000 Sam
0.000 Sam
  13 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL
  14 Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
                                                         0.000 Sam
   15 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
                                                         0.000 Sam
16 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                         0.000 Sam
         Sample Details
 No. Name
                                        Weight Ref Atom % Atom % XS (mg) Type (C13) (C13)
  1 Stabilite 1
                                          0.000 Sam
   2 Stabilite 2
                                          0.000
                                                 Sam
   3 Stabilite 3
                                          0.000 Sam
  4 Stabilite 4
                                          0.000 Sam
0.000 Sam
5 Stabilite 5
   6 Mix Cal IRMS 003-1
                                          0.000 Sam 1.07683 -0.0344
0.000 Sam 1.07641 -0.0348
0.000 Sam 1.07670 ~0.0345
  7 Mix Cal IRMS 003-2
  8 Mix Cal IRMS 003-3
  9 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                 0.000 Sam 1.08114 -
 10 Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL
                                                    0.000 Sam 1.07712 -0.
0.000 Sam 1.07560 -0
0.000 Sam 1.07649 -0
  11 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL
  12 Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL
  13 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL
                                                       0.000 Sam 1.07751 -
 14 Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
                                                      0.000 Sam 1.07826 - 0.000 Sam 1.07131 -
□ 15 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
  16 Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
                                                      0.000 Sam
                                                                      1.08271 -
```



using AcqMethod MAN_52.M

Acquired Instrument Operator

or Optima GC 1.67-2 - Manual DP Edit Report Calculate <u>Parameters</u> Status Help Data Filename: DATA_012 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 18:33:24 Comment : Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL : Parameters Automatic DP Params Graph Cursor Lines Window 1.00E-8-8.00E⊕1 6.00E-9-Ang 4.00E-9 _⊕-25.95 _մ -24.56 2.002.01 -30.45 0.00€+0 Major 200 400 600 1200 Secs 800 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400

THERE WAS NO PAGE 105 IN THE ORIGINAL DOCUMENTATION PACKAGE.

THIS PAGE IS INTENTIONALLY LEFT BLANK

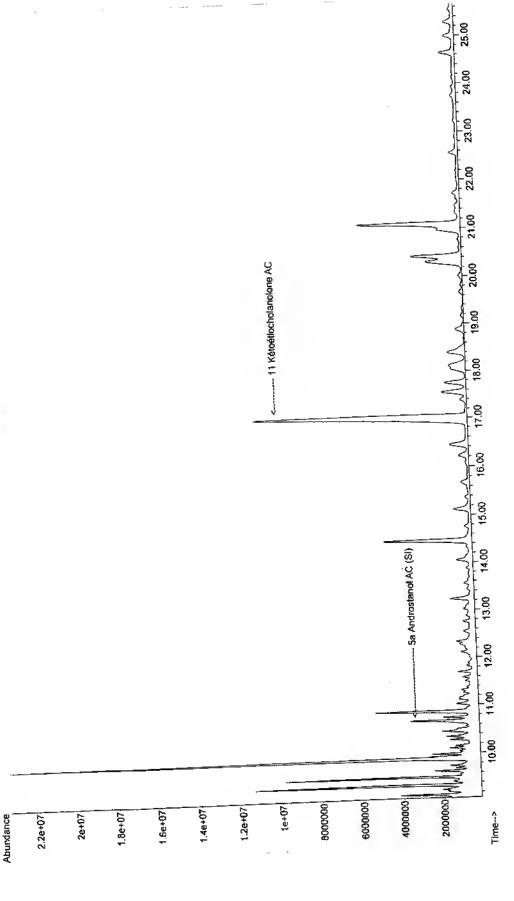
```
: DATA 012
 Data File Name
                : 040806
_ Folder
                : Blu 1 Pool 4 F1/120uL inj 2uL
 Sample Name
 Sample ID
 Sample Position : 5
 Injection Size : 0.0000
                 : Sam
 Sample Type
                 : M-AN-41
 Method
- Batch Name
 RunTime User : micromass
Acquisition Time : 18:33:24 Date : 04/08/06
Current Time : 19:18:07 Date : 04/08/06
```

Analysis of Reference Gas Data Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30 Ratio 2/1 Ratio 3/1 Major Time 4.2515E-3 1.1773E-2 8.532E-8 122.6 1.1773E-2 4.2517E-3 8.541E-8 □ <u>182.6</u> 1.1773E-2 4.2515E-3 8.493E-8 242.6 4.2516E-3 1.1773E-2 8.481E-8 2423.5 1.1773E-2 4.2516E-3 8.479E-8 _ 2483.5 4.2520E-3 1.1773E-2 8.517E-8 2533.5 1.7907E-7 1.3906E-7 Std Dev Of Fit

_

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk d	1018
	0 000 0	- A460D-9	1.1813E-2 1.1879E-2 1.1864E-2	4.1636E-3	-44.30	-02.12	-39.64	18 20 18



Optima GC 1.67-2 - Manual DP

File Edit View Calculate Report Parameters Status Help

Date

Filename: DATA_013

Folder : 04080\$

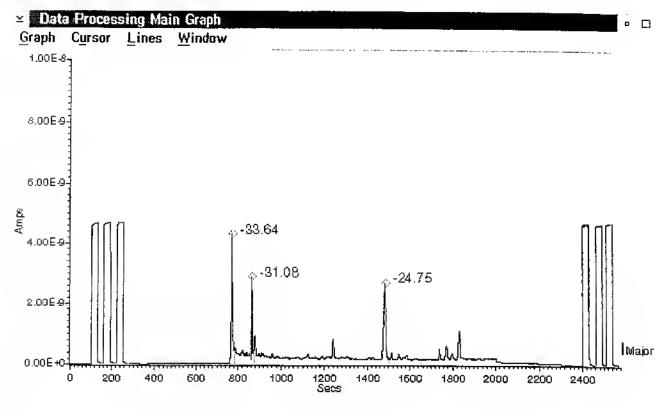
Date : 04/08/08

Time : 19:18:09

Comment: 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL

Parameters

Automatic DP Params



```
: DATA 013
 Data File Name
                 : 040806
 Folder
                 : 178/07 995474 F1/150uL inj 2uL
Sample Name
Sample ID
 Sample Position : 6
Injection Size : 0.0000
                 : Sam
 Sample Type
                  : M-AN-41
 Method
 Batch Name
 RunTime User : micromass
Acquisition Time : 19:18:09 Date : 04/08/06
  Current Time : 08:07:48 Date : 05/08/06
                Analysis of Reference Gas Data
                     -34.50 Ref Delta 18 =
                                              -19.30
   Ref Delta 13 =
                                         Ratio 3/1
                            Ratio 2/1
                Major
    Time
                                          4.2514E-3
                            1.1774E-2
              8.496E-8
    122.6
                                          4.2514E-3
                            1.1773E-2
              8.501E-8
    182.6
                                          4.2517E-3
                            1.1773E-2
               8.541E-8
    242.7
                                          4.2521E-3
                            1.1775E-2
               8.495E-8
 (* 2423.5
                                          4.2522E-3
                            1.1775E-2
               8.456E-8
   2483.5
                                          4.2528E-3
                            1.1775E-2
               8.598E-8
   2533.5
                                             2.8218E-7
                           3.6976E-7
 □ Std Dev Of Fit
       Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
```

-	CO2	Height	Area	2/1	3/1	dCl3Pk dCl3Bkd	d018Pk 4	1018
	 777 . 1	 4.35E-9	2.3077E-8	1.1776E-2 1.1809E-2 1.1879E-2	4.1710E-3 4.2083E-3 4.1846E-3	-31 08 -122.87	-37.95 -29.33 -34.88	42

dans 400µL TIC: blu1f2.D Androstérone AC N 4 Fraction :D:\Msd22\AoutO6\0408\blu1f2.D : 26 : 4 Aug 2006 15:31 using Ac t : MSD22 ne: Blu 1 F2 : Blanc urinaire 1 Pool 4 Fractic =r: 6 15.00 14,00 5a Androstanol AC (SI) 13.00 12.00 11,00 File Decentor Decoporation Decoporation Describer Decent Decoporation 10,00 8000000 2000000 1.4e+07 1e+07 Abundance 2.4e+07 1.6e+07 1.2e+07 6000000 4000000 1.8e+07 2.2e+07 2e+07 Time...>

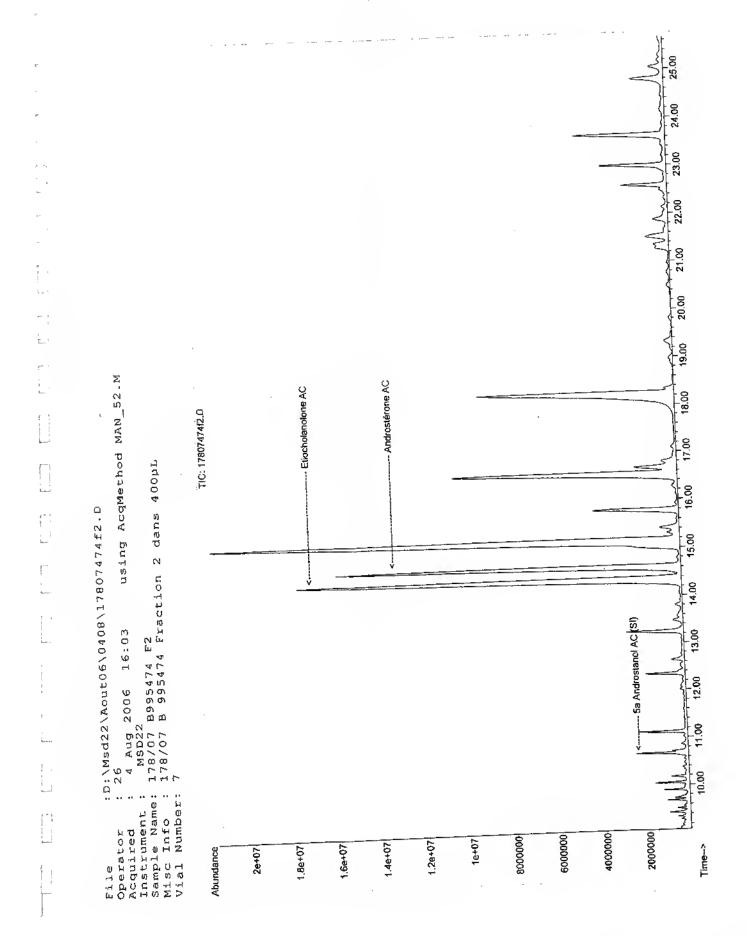
using AcqMethod MAN_52.M

Optima GC 1.67-2 - Manual DP Help Calculate Report <u>Parameters</u> Status File Edit View Folder : 040806 Filename: DATA_014 Data Time : 20:02:53 Date : 04/08/06 Comment : Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL Automatic DP Params Parameters Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines 1.00E-8₃ 8.00E@ 6.00E-9-4.00E-9 .-24.63 .25.54 -30.472.00분⊅ Major 0.008+0 2200 2400 1200 Secs 2000 1400 1500 1800 800 1000 400 600 200

`	
,	
`	
	,
`	

```
Data File Name : DATA_014
Folder : 040806
Sample Name : Blu 1 Pool 4 F2/1400uL inj 2uL
Sample ID :
  Folder
  Sample Position : 7
Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
Method
                      : M-AN-41
 Batch Name
Batch Name : micromass
Acquisition Time : 20:02:53 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:18:20 Date : 05/08/06
                   Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1
122.6 8.496E-8 1.1776E-2 4.2531E-3
182.6 8.503E-8 1.1776E-2 4.2531E-3
242.6 8.494E-8 1.1776E-2 4.2528E-3
2423.5 8.442E-8 1.1774E-2 4.2519E-3
2483.5 8.385E-8 1.1774E-2 4.2515E-3
2533.5 8.462E-8 1.1773E-2 4.2518E-3
td Dev Of Fit
                                 3.6403E-7 1.7354E-7
      Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
202
```

```
Time Height Area 2/1 3/1 dC13Pk dC13Bkd dO18Pk dO18
869.0 2.38E-9 1.2861E-8 1.1814E-2 4.1675E-3 -30.47 -71.51 -38.95 27
1241.0 3.05E-9 2.4953E-8 1.1870E-2 4.1678E-3 -25.54 -68.90 -38.86 27
1267.5 3.48E-9 2.7395E-8 1.1880E-2 4.1669E-3 -24.63 -68.70 -39.06 27
```



Optime GC 1.67-2 - Manual DP Calculate Report Parameters Help File Edit View Status Folder : 048806 Data Filename: DATA_015 Date : 04/08/06 Time : 20:47:38 Comment: 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL Automatic DP Params Parameters Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₇ 8.00E.94 5.00E.9.‡ 4.00E-9-1 -30,00 27.93 2.00E-94 Major 0.00E+0 1200 Secs 200 400 600 800 1000 1400 1608 1860 2000 2200 2400

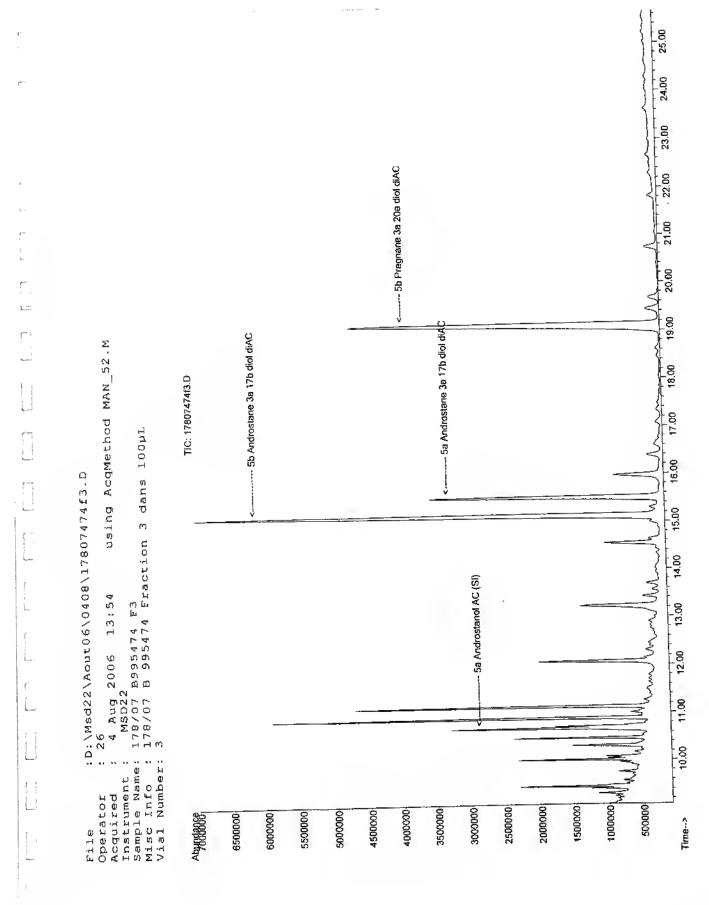
```
Data File Name : DATA 015
             : 178/07 995474 F2/850uL inj 2uL
Folder
. Sample Name
 Sample ID
Sample Position : 8
 Injection Size : 0.0000
 Sample Type : Sam
                 : M-AN-41
Method
 Batch Name
RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 20:47:38 Date : 04/08/06
 Current Time : 08:03:23 Date : 05/08/06
                Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
                                         Ratio 3/1
                           Ratio 2/1
               Major
    Time
                                         4.2526E-3
                           1.1774E-2
             8.556E-8
8.604E-8
    122.6
                                         4.2533E-3
                           1.1775E-2
    182.5
                                         4.2537E-3
                           1.1775E-2
              8.602E-8
   242.5
             8.506E-8 1.1773E-2 4.2517E-3
8.522E-8 1.1773E-2 4.2517E-3
8.602E-8 1.1773E-2 4.2523E-3
   2423.4
   2483.5
   2533.5
                                             4.9662E-7
                           5.2841E-7
  Std Dev Of Fit
```

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dC13Bkd	d018Pk	d018
870.1 1241.1	3.47E-9 4.00E-9	1.6473E-8 3.2334E-8	1.1818E-2 1.1856E-2 1.1841E-2 1.1791E-2	4 1682E-3	-27.93	-60.71	-39.32 -39.38 -38.79 -38.45	

24.00 23.00 ----- 5b Pregnane 3a 20a dio! diAC 22.00 21.00 20.00 19,00 5a Androstane 3a 17b diol di using AcqMethod MAN_52.M --- 5b Androstane 3a 17b diol diAC dans 100µL TIC: blu1f3.0 17,00 m Fraction 16,00 :D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f3.D Pool 13:22 5a Androstanol AC (St) 26 4 Aug 2006 13: MSD22 Blu 1 F3 Blanc urinaire 1 2 Instrument: Sample Name: | Misc Info : | Vial Number: Operator Acquired 7000000 4000000 2000000 90000008 8000000 6000000 5000000 1,5e+07 1.18+07 3000000 10000001 Abundance 1.6e+07 1.4e+07 1.3e+07 1.2e+07 1e+07 Time--> p- Optima GC 1.67-2 - Manual DP Calculate Report Parameters Help Status View Edit File Folder : 040806 Filename : DATA_010 Data Time : 17:03:53 Date : 04/08/96 Comment: Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL: Automatic DP Params Parameters ≥ Data Processing Main Graph Graph Cursor Lines Window 1.00E-8₉ 8.00E.9o-27.54 6.00E@ -31.54 4.00E-9 _⇔-26.55 27.91 -26.01 2.08E-9-Major 0.00E+0 2400 2200 1500 1800 2000 1200 Secs 1400 1000 008 200 400 600

```
Data File Name : DATA 010
 Folder : 040806
Sample Name
Sample ID
                 : Blu 1 Pool 4 F3/45uL inj 2uL :
 Sample Position : 3
[ Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
 Method
                  : M-AN-41
Batch Name
 RunTime User : micromass
 Acquisition Time : 17:03:53 Date : 04/08/06
 Current Time : 07:47:30 Date : 05/08/06
                Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
            Major Ratio 2/1 Ratio 3/1
8.545E-8 1.1774E-2 4.2514E-3
8.537E-8 1.1773E-2 4.2513E-3
8.497E-8 1.1773E-2 4.2507E-3
8.468E-8 1.1772E-2 4.2505E-3
8.400E-8 1.1772E-2 4.2508E-3
8.435E-8 1.1772E-2 4.2508E-3
  Time
  122.6
182.6
  242.7
2423.5
_ 2483.5
  2533.5
Std Dev Of Fit
                           3.7547E-7
                                              2.7523E-7
      Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
 CO2
Time Height Area 2/1 3/1 dCl3Pk dCl3Bkd dOl8Pk dOl8
  799.0 1.36E-8 5.8132E-8 1.1877E-2 4.1762E-3 -24.77 -67.24 -36.59 17 872.4 5.30E-9 2.2912E-8 1.1801E-2 4.1836E-3 -31.54 -66.95 -34.88 17 881.1 2.34E-9 1.2956E-8 1.1867E-2 4.2171E-3 -26.01 -66.81 -27.15 17
1260.3 2.49E-9 2.2592E-8 1.1843E-2 4.1987E-3 -27.91 -65.40
                                                                        -31.37
                                                                                  19
 1323.0 7.04E-9 6.5008E-8 1.1845E-2 4.1705E-3 -27.54 -65.35
                                                                      -37.87 20
-33.27 20
1353.8 1.98E-9 1.6534E-8 1.1838E-2 4.1904E-3 -28.31 -65.37
L1394.3 1.68E-9 1.5157E-8 1.1844E-2 4.1913E-3 -27.76 -65.37
                                                                        -33.08 20
 1674.1 3.26E-9 3.5570E-8 1.1856E-2 4.1632E-3 -26.55 -65.86 -39.55 22
```



CH Optima GC 1.67-2 - Manual DP Calculate Report Parameters Status File Edit View Folder : 040808 Filename: DATA_011 Data Time : 17:48:39 Date : 04/08/06 Comment: 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL: Automatic DP Params Parameters: Graph Cursor Lines Window 1.00E-8e.00E-94 5.00E94 _் -28.79 -329. tol 4.00E-9 33,15 -26.16 -31,88 2.00€⊖ 0.00E+0 2200 2400 1200 Se⇔ 2000 1400 1500 1800 1000 400 600 800 200

```
Data File Name : DATA 011
Folder : 0408\overline{0}6
Sample Name : 178/07 995474 F3/45uL inj 2uL :
  Sample Position : 4
Injection Size : 0.0000
|Sample Type : Sam
  Method
                         : M-AN-41
Batch Name
                        :
 RunTime User : micromass
Acquisition Time : 17:48:39 Date : 04/08/06
Current Time : 08:54:31 Date : 05/08/06
                     Analysis of Reference Gas Data
 Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
               Major Ratio 2/1 Ratio 3/1 8.465E-8 1.1772E-2 4.2501E-3 8.465E-8 1.1771E-2 4.2504E-3 8.459E-8 1.1771E-2 4.2502E-3 8.450E-8 1.1772E-2 4.2501E-3 8.541F-9
    Time
122.7
182.7
242.7
2423.5
2483.6
                                     1.1772E-2 4.2501E-3
1.1772E-2 4.2506E-3
  2533.5
                 8.541E-8
Std Dev Of Fit
                                    3.1407E-7
                                                              2.2560E-7
        Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction
 CO2
Time Height Area 2/1 3/1 dCl3Pk dCl3Bkd dOl8Pk dOl8
   ......
797.1 1.84E-9 1.7724E-8 1.1857E-2 4.2650E-3 -27.16 -59.49 -15.91 8 839.1 1.63E-9 9.1742E-9 1.1778E-2 4.2295E-3 -33.77 -59.43 -24.09 9 871.9 4.08E-9 1.7193E-8 1.1816E-2 4.1820E-3 -30.11 -59.39 -35.07 9 880.6 4.07E-9 2.2454E-8 1.1841E-2 4.1969E-3 -28.04 -59.16 -31.63 9 909.0 3.27E-9 2.5928E-8 1.1785E-2 4.2250E-3 -33.15 -58.98 -25.14 9 3.18 2 4.225E-9 3.9596E-8 1.3830E-2 4.1764E-2 -29.79 E7.10 26.32 10
                                                                                                -25.14
L318.2 4.22E-9 3.9586E-8 1.1830E-2 4.1764E-3 -28.79 -57.10
L352.4 2.33E-9 2.1502E-8 1.1796E-2 4.1861E-3 -31.88 -56.94
1671.2 2.57E-9 2.9485E-8 1.1859E-2 4.1584E-3 -26.16 -55.38
                                                                                                           12
                                                                                                -36.38
                                                                                                            12
                                                                                                -34.13
                                                                                                -40.52 14
```

ENREGISTREMENT

Codification: E-FCR-06

Version : E Date :24/11/05

Page: 1/2

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

Echantillon: 178/07 B995474

Instrument:

GC/C/IRMS Isoprime 1

Répertoire: 040806

CO et paraphe:

260

Valeur isotopique du réactif de dérivation:

-53

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

Bla	nc urinaire	Echantillen	
		SI	11 Kétoétio
		data_013	data_013
		870	1490
			1.712
20	2.9	2.9	2.7
	-24.56	-31.08	-24.75
-30.45		-	-21.78
	S1 data_012 870 - 2.0 -30.45	data_012 data_012 870 1490 - 1.713 2.0 2.9	S1 11 Kétoétio SI data_012 data_012 data_013 870 1490 870 - 1.713 - 2.0 2.9 2.9 -30.45 -24.56 -31.08

Fraction F2 (Ketos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
· -	Sl	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Now du finhier	data 014	data 014	data_014	data_015	data_015	data_015
Nom du fichier	869	1241	1268	870	1241	1267
tτ (s)		1,428	1.459	-	1.426	1.456
Interests (nA)	2,4	3.1	3.5	3.5	4.0	2.9
Intensité (nA)	-30.47	-25.54	-24.63	-30.00	-26.58	-27.93
5 ¹³ C ‰ mesurée 5 ¹³ C ‰ corrigée	-30.41	-22.65	-21.64	-	-23.80	-25.29

Fraction F3 (Diois)

Blanc urinaire				
SI	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol	
data 010	 	data_010	data_010	
		1354	1674	
		1.552	1.919	
53		2.0	3.3	
		-28.31	-26.55	
-51.54	-22.18	-23.11	-21.51	
	S1 data_010 872 - 5.3 -31.54	SI 5β Adiol data_010 data_010 872 1323 - 1.517 5.3 7.0 -31.54 -27.54	S1 5β Adiol 5α Adiol data_010 data_010 data_010 872 1323 1354 - 1.517 1.552 5.3 7.0 2.0 -31.54 -27.54 -28.31	

	Echantillon				
-	Sl	5β Adiol	5α Adiol	5β Pdiol	
Nom du fichier	data 011	data_011	data_011	data_011	
tr (s)	872	1318	1352	1671	
tri'	-	1.512	1.551	1.917	
Intensité (nA)	4.1	4.2	2.3	2.6	
δ ¹³ C ‰ mesurée	-30.11	-28.79	-31.88	-26.16	
δ ¹³ C ‰ corrigée	-	-23.69	-27.43	-21.05	

ENREGISTREMENT

Codification : E-FCR-06 Version : E Date : 24/11/05

Page: 24/11/

FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS

	valeur de référence d'une population témoin			ntillon s normes
	δ 13C ‰ haute	δ ¹³ C ‰ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17.58	-26.27	ď	
Etio	-19.56	-26.10	ø	
Andro	-18.43	-25.02		×
5β Adiol	-18.55	-26.97	ά	
5α Adiol	-18.59	-27.40		~
5β Pdiol	-18.25	-25.55	۵	

	Blu		Echantillon	
	Δ‰	$\Delta\% + 0.8\%$. ∆‰	Δ‰ - 0,8‰
Etio - 11 Kétoétio	-1.08	-1.22	-2.02	-2.82
Andro - 11 Kétoétio	-0.08	-2.71	-3.51	-4.31
5β Adiol - 5β Pdiol	-0.67	-1.85	-2.65	-3.45
5α Adiol - 5β Pdiol	-1.60	-5.59	-6.39	-7.19

Seuil de positivité de l'AMA: δ^{13} C‰(métabolite) - δ^{13} C‰(composé endogène de référence) > 3‰ δ^{13} C du composé < -28‰

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8%

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la testostérone, cohérente avec une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 3.51% et -6.39% respectivement pour les métabolites androstérone et 5\alpha androstanediol.

Partie à remplir par le responsable

Paraphe du responsable: Observations:



USADA 0352

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-10

Version: C

Date: 09/05/2006 1/2

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS

	•	ation de l'apparei		
· Is	struction de conf	irmation :	[£.ike=1	***********
1. Tune				
Spécification : pl	ateau du peack Cer	ntre ≥ 10 V		
Tune conforme:	ou	i d n	on	
		•		
2. Stabilité de l'in	strument			
Spécification: éca	If mesuré entre vo	leur maximale et va	Jan 1 - 1 - 1 - 1	
	at mossie onne ya	con maximale et va	ueur minimale du	ratio $2/1 \le 0.5 \%$
Stabilité conforme	e: oui	n n	on	
. Précision de l'in				
. I Tecision de l'il	ustrument			
	n Mix Cal IRMS	<i>.</i>	*********	
code de la salutio				
	/0/. \	ections:		
Code de la salutio	(‰) ponr 3 luje			
				•
aleurs obtenues	(‰) ponr 3 luje Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécano
Moyenne		Undécane	Dodécane	
aleurs obtenues	Décane			Méthyldécano
Moyenne	Décane -22.36	-27,86.	-31.86	-31.37

LNDD -

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-10

Version: C

Date: 09/05/2006

VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS

4. Calib	ration	de l	l'instr	ument

Code de la solution Mix Cal Acétate: ALA

Valeurs obtenues (%):

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Poo. elst	-30 kO	<u> -</u>	- 33.71	- 16 74
200 - slot	-30.25	- 19:95	- 33.63	-16.67

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocholanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocholanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats confor	rmes :	oui		1
rreparent torrior	I ALL VID	0 101		

non

Résultats : CONFORME / NON CONFORME

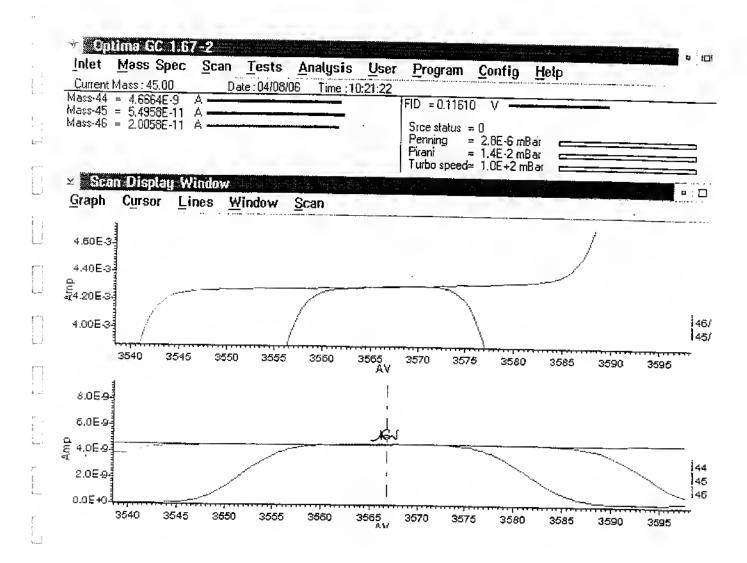
Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

Opératenr		Responsable		
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa	
41816	18 of	02/08/06	49 Houng	

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.



```
Data File Name : DATA_005
  Folder : 040806
Sample Name : Stabilite 5
Sample ID :
Sample Position : 1
| Injection Size : 0.0000 .
 Sample Type : Sam
Method : CO2-STAB
Batch Name : 040806
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 11:08:45 Date : 04/08/06
Current Time : 11:19:48 Date : 04/08/06
                         Analysis of Reference Gas Data
    Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
Time Major Ratio 2/1 Ratio 3/1 42.5 8.495E-8 1.1779E-2 4.2534E-3 102.5 8.499E-8 1.1779E-2 4.2535E-3 162.6 8.506E-8 1.1779E-2 4.2538E-3 282.6 8.494E-8 1.1779E-2 4.2542E-3 342.6 8.489E-8 1.1779E-2 4.2543E-3 402.6 8.451E-8 1.1779E-2 4.2542E-3 462.7 8.487E-8 1.1779E-2 4.2543E-3 522.7 8.458E-8 1.1779E-2 4.2538E-3 582.7 8.439E-8 1.1779E-2 4.2538E-3
 _Std Dev Of Fit
                             1.7272E-7
                                                                      2.7766E-7
         Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction
C02
  Time Height Area
                                              2/1
                                                               3/1
                                                                          dCl3Pk dOl8Pk
```

```
Data File Name
                 : DATA 006
  rolder : 040806
Sample Name : Mix Cal IRMS 003-1
  Sample ID
  Sample Position : 1
  Injection Size : 0.0000
  Sample Type
                  : Sam
  Method
                  : M-AN-38
Batch Name
Batch Name : 040806
RunTime User : micromass
  Acquisition Time : 11:30:41 Date : 04/08/06
Current Time : 11:46:25 Date : 04/08/06
11
                Analysis of Reference Gas Data
   Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
    Time
               Major
                           Ratio 2/1
                                         Ratio 3/1
    42.6
              8.498E-8
                          1.1778E-2
                                         4.2537E-3
    102.6
             8.503E-8
                           1.1778E-2
                                         4.2534E-3
    742.8
             8.421E-8
                           1.1777E-2
                                        4.2519E-3
   802.9
             8.412E-8
                           1.1776E-2
                                         4.2519E-3
```

Applicate of Complete to the control of the control

Std Dev Of Fit

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

[] CO		Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dO18Pk
ll	259.1 350.9	4.36E-9 4.90E-9	1.2956E-8 1.4134E-8	1.1796E-2 1.1848E-2 1.1801E-2 1.1805E-2	4.1803E-3 4.1745E-3	-27.78 -31.79	-36.54 -36.13 -37.39 -40.09

1.2485E-7 1.0555E-7

```
Data File Name
                   : DATA_007
   Folder
                   : 040806
   Sample Name
                  : Mix Cal IRMS 003-2
   Sample ID
   Sample Position : 1
injection Size : 0.0000
  Sample Type
                   : Sam
  Method
                   : M-AN-38
  Batch Name
                  : 040806
 RunTime User
                  : micromass
  Acquisition Time : 11:46:27 Date : 04/08/06
  Current Time : 12:06:32 Date : 04/08/06
```

Ref Delta 13	Analysis of = -34.50	Reference Ref Delta	Gas Data 18 = -19.30

Time 42.5 102.6 742.8 802.8	Major 8.470E-8 8.526E-8 8.343E-8	Ratio 2/1 1.1776E-2 1.1777E-2 1.1777E-2	Ratio 3/1 4.2527E-3 4.2529E-3 4.2518E-3
802.8	8.391E-8	1.1776E-2	4.2516E-3

Std Dev Of Fit

4.2211E-7

1.2081E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

[]C	O2 Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	d018Pk
Ĺ.	257.4 349.8	2.88E-9 3.23E-9	7.8902E-9 8.7038E-9	1.1844E-2 1.1798E-2	4.1702E-3 4.1722E-3 4.1711E-3 4.1643E-3	-27.99 -31.03	-38.33 -37.85 -38.05 -39.56

```
Data File Name
                  : DATA_008
Folder
                 : 040806
Sample Name
                 : Mix Cal IRMS 003-3
Sample ID
Sample Position : 1
Injection Size : 0.0000
Sample Type
                 : Sam
Method
                 : M-AN-38
Batch Name : 040806
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 12:02:11 Date : 04/08/06
Current Time : 12:21:06 Date : 04/08/06
```

Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30

Time 42.5 102.6 742.8 803.1	Major 8.462E-8 8.517E-8 8.365E-8 8.370E-8	Ratio 2/1 1.1776E-2 1.1776E-2 1.1777E-2	Ratio 3/1 4.2524E-3 4.2526E-3 4.2519E-3
005.1	8.370E-8	1.1776E-2	4.2520E-3

Std Dev Of Fit

4.2009E~7

1.8134E-7

Analysis of Sample Peaks, with Zero Subtraction

C							
	Time	Height	Area	2/1	3/1	dC13Pk	d018Pk
	257.7 349.8	4.25E-9 4.83E-9	1.1751E-8 1.3084E-8	3 1.1793E-2 3 1.1845E-2 1.1799E-2 1.1806E-2	4.1710E-3	-32.33 -27.81	-38.56 -38.09 -38.12
						-31.22	-39.31

```
Data File Name : DATA 009
Folder : 040806
Sample Name : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
Sample ID :
Sample Position : 2
Injection Size : 0.0000
Sample Type : Sam
Method : M-AN-41
Batch Name :
RunTime User : micromass
Acquisition Time : 12:24:14 Date : 04/08/06
Current Time : 13:45:11 Date : 04/08/06
```

```
Analysis of Reference Gas Data
Ref Delta 13 = -34.50 Ref Delta 18 = -19.30
   Time
                         Ratio 2/1
              Major
                                     Ratio 3/1
   122.5
            8.507E-8
                         1.1776E-2
                                     4.2528E-3
   182.6
           8.550E-8
                        1.1776E-2
                                     4.2528E-3
   242.6
           8.493E-8
                        1.1776E-2
                                     4.2530E-3
2423.4
           8.422E-8
                        1.1775E-2
                                     4.2523E-3
_ 2483.5
           8.354E-8
                       1.1775E-2
                                     4.2518E-3
  2533.5
           8.443E-8
                        1.1775E-2
                                     4.2521E-3
Std Dev Of Fit
                 9.2732E-8
                                       1.7392E-7
```

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2	Waight	7.20	2/1	3/1	-101 2 DI-	201201-2	302.0Dl-	3000
116	neight	ALEA	2/1	3/1	QCI3PK	dC13Bkd	GOTSEK	ao18
1241.8	4.36E-9 3.35E-9	3.5212E-8 2.6894E-8	1.1934E-2 1.1777E-2	4.1628E-3 4.1653E-3 4.1662E-3 4.1687E-3	-19.98 -33.71	-74.28 -74.11	-40.04 -39.45 -39.21 -38.66	31 31

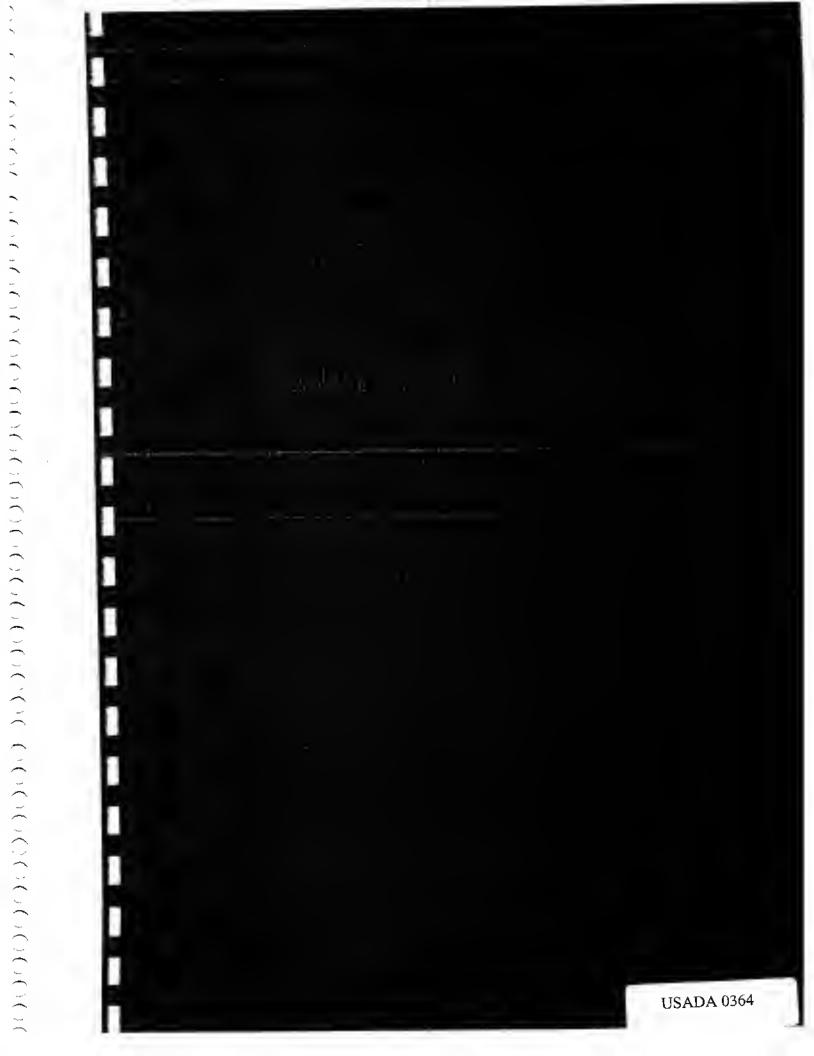
Optima GC 1.67-2 Manual DP File Edit View Calculate Report <u>Parameters</u> Status Help Data Filename: DATA_009 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 12:24:14 Comment: Mix Cal Acetate 001A-100ng inj Parameters Automatic DP Params Data Processing Main Graph Cursor Lines Graph Window 1.00E-8-8.008.9 6.00E.94 -30.40 ு-19.98 4.00E-9 -33.71 o-16.74 2.008-9-Major 0.00E+0 200 400 600 **00**3 1000 1200 1400 1600 1800 2000 2200 2400 Secs

```
Data File Name
                    : DATA 016
   Folder
                    : 040806
   Sample Name
                    : Mix Cal Acetate 001A-100ng inj
   Sample ID
  Sample Position
                   : 9
  Injection Size
                   : 0.0000
  Sample Type
                   : Sam
  Method
                   : M-AN-41
  Batch Name
  RunTime User
                 : micromass
  Acquisition Time : 21:32:21 Date : 04/08/06
               : 07:33:19 Date : 05/08/06
                Analysis of Reference Gas Data
  Ref Delta 13 \approx -34.50 Ref Delta 18 =
                                              -19.30
   Time
                Major
                            Ratio 2/1
   122.5
                                          Ratio 3/1
              8.534E-8
                            1.1775E-2
   182.6
                                          4.2534E-3
              8.513E-8
                            1.1775E-2
   242.6
                                          4.2533E-3
              8.502E-8
                           1.1774E~2
  2423.4
                                          4.2532E-3
              8.433E-8
                           1.1774E-2
  2483.4
                                          4.2522E-3
              8.404E-8
                           1.1774E-2
  2533.5
                                          4.2518E-3
              8.484E~8
                           1.1773E-2
                                          4.2521E-3
Std Dev Of Fit
                          4.6118E-7
                                            1.1639E~7
```

Analysis of Sample Peaks, with Background Subtraction

CO2		Subtraction								
Time 870.5	Height 4.31E-9	Area	2/1	3/1	dC13Pk	dCl3Bkd	ಕ್ಷರ ಕ್ಷರಾಗಿ	4010		
1241.6	4.22E-9 3.28E-9	3.4868E-8 2.7273E-8	1.1933E-2 1.1777E-2	4.1679E-3 4.1695E-3	-30.25 -19.95	-79.02 -77.29	-39.67 -38.91 -38.50 -38.62	34		
								- ~ ~ -		

P Optima GC 1.67-2 - Manual DP .Edit Calculate Report <u>Parameters</u> Status Help Data Filename: DATA_016 Folder : 040806 Date : 04/08/06 Time : 21:32:21 Comment: Mix Cal Acetate 001A-100ng inj Parameters Automatic DP Params ≚ Data Processing Main Graph Graph Cursor Window Lines 1.00E-8₇ 8.00Eg3 5.00Eg4 _⊕-30.25 4.00E-93 o-19.95 -33.63 -16.68 2.00E-9-0.00E+0liviajor 200 400 600 e00 1200 Secs 1000 1400 1600 1800 2000 2200 2400





28541

Châtenay-Malabry, le 05 août 2006



PORTES

COMMUNIQUÉE SUR DEMANDE

RAPPORT DE CONTRE ANALYSE

Demandes de contre-analyse de l'UCI et de l'USADA du 31 juillet 2006 suite au rapport d'analyse n°178/07-1

Prélèvements du Dr. BORDABERRY

Organisme:

Cyclisme (UCI)

Épreuve et lieu:

TDF 2006: 17 éme étape à MORZINE

Date:

20/07/2006

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date:

20/07/2006

Type de matériel :

Berlinger

Nombre d'échantillon(s):

1 (sur 3 échantillons reçus)

Référence de(s) l'échantillon(s): 178/07_995474 B

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA / Réglementation nationale - contrôle en Compétition)

Date de début des analyses :

03/08/2006

Méthodes utilisées: Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse GC/MS (EC24D) et

Spectrométrie de masse de rapport isotopique GC/C/IRMS (EC31)

Conclusions: (pH = 5.2)

d = 1.025 + -0.002

T/E estimé à 11.0 (variation maximale admissible = 30%)

Concentration de Testostérone estimée après correction par la densité à 45.7 ng/mL (Variation maximale admissible = 20 %)

Concentration d'Epitestostérone estimée après correction par la densité à 4.2 ng/mL (Variation maximale admissible = 30 %)

Rapport supérieur au seuil de 4

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme integrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).

1/2

^{*} Hors portée de l'accréditation COFRAC.



RAPPORT DE CONTRE ANALYSE (SUITE)

Conclusions (Suite):

L'analyse complémentaire par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 6.4 ‰ et 3.5 ‰, respectivement pour les métabolites 50-Androstanediol et Androstérone.

Résultat exprimé par rapport au seuil de positivité de l'AMA:

• Appauvrissement isotopique > à 3 % (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8%)

- Union Cycliste Internationale - C. VARIN (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

- Président du Conseil de Prévention et de Lutte contre le Dopage (39 rue St Dominique- 75700 PARIS)

Pour information:

- J. SOUBLIERE: WADA (fax n°00.1.514,904.18.00)

- Dr. GENSON - Chargé d'instruction à la Fédération Française de Cyclisme (4 rue du Poète - 33700 MERIGNAC)

* Hors portée de l'accréditation COFRAC

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 2 page(s).



B-sample analysis 995474

Fifth of August 2006

Chatenay-Malabry

Statement no. 1

As an expert Dr. Dauwe de Boer has been witnessing in the period between August 3 and August 5, 2006, the B-sample analysis in the LNDD, the WADA- accredited anti-doping laboratory in Chatenay-Malabry.

Statement no. 2

The impression of the expert regarding the analytical performance of the B-sample analysis was that the LNDD worked in a transparent and professionnal way and according to transparent and professional procedures.

Statement no. 3

In respect to the semi-quantitation of the ratio between testosterone and epitestosterone (T/E ratio) as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone it must be stated the following:

- A ratio was established between two peaks in the chromatogram.
- B) The identity of the compound(s) belonging to the peaks has not been established according to the minimal WADA requirements.

Therefore, any official conclusion regarding to the T/E ratio as well as of the concentration of testosterone and epitestosterone is and will be premature. As such any official canclusion in relation to the above mentioned parameters of the respective sample is non-conclusive.

Statement no. 4

In respect to the GC/C/IRMS analysis it must be stated the following:

- A) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the uncertainty of the GC/C/IRMS analysis, which was reported to be 0.8‰.
- B) During the B-sample analysis it was not possible to see documentation and data regarding the historical data of blank urine pool no. 4.

Therefore, it was for the expert not possible to give an adequate evaluation of GC/C/IRMS analysis of the respective sample. The above mentioned issues have been implemented into a list of requests addressed to Prof. de Ceaurriz.

Dr Douwe de Boer



List of the requests from Dr. Douwe de Boer Counter-analysis on "B" 995474

> The GC/C/IRMS has been accreditated by the WADA and the French National Accreditation body.

Would it be possible to see the documentation regarding this accreditation? If so, I would appreciate to see the documentation regarding the accreditation.

> In principal a WADA accreditated laboratory is participating in proficiency programs.

Would it be possible to see data of the Châtenay-Malabry laboratory? If so, I would appreciate to see the data regarding the GC/C/IRMS analysis.

> The certificate of the analysis of the A-sample mentions an "uncertainty" of 0,8% for the GC/C/IRMS result.

Would it be possible to see documentation and data of how this value of "uncertainty" was established?

If so, I would appreciate to see documents and data regarding the establishment of the value of 0,8%.

> Historical data regarding the blank urine pool no.4, which has been used in the GC/C/IRMS procedure.

Would it be possible to see documentation and data regarding the history of hlank urine pool no.4.

If so, I would appreciate to see the repeatability (intra-day variation) and the reproducibility (inter-day variation), meaning the average value, the standard deviation and the number of observations made.

Dr. Douwe de Boer

Expert

Pr. De Ceaurriz

143, avenue Roger Salengro - 92290 Châtenay-Malabry - FRANCE Téléphone : + 33 (0)1 46 60 28 69 - Télécopie : +33 (0)1 46 60 30 17 - e-mail : direction@lndd.com

139